

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

COMME EXIGENCE PARTIELLE
DE LA MAÎTRISE EN SCIENCES DES PÂTES ET PAPIERS

PAR
NDE DITE MAMA SARR

MISE EN PÂTE CHIMICOMÉCANIQUE DU KENAF

MAI 2004

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

L'auteur de ce mémoire ou de cette thèse a autorisé l'Université du Québec à Trois-Rivières à diffuser, à des fins non lucratives, une copie de son mémoire ou de sa thèse.

Cette diffusion n'entraîne pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits de propriété intellectuelle, incluant le droit d'auteur, sur ce mémoire ou cette thèse. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire ou de cette thèse requiert son autorisation.

AVANT-PROPOS

L'importance des plantes non-bois pour la fabrication du papier a été établie dès les années 70. Ce sont des résidus agricoles (bagasse de canne à sucre, paille de céréales, de sorgho et de riz), des plantes qui poussent naturellement (le bambou, l'alfa, le roseau et certaines herbes), les fibres libériennes (la jute, le chanvre, le kenaf, la ramie, l'ocra, le sisal et le coton) et les fibres de banane et d'ananas. Les difficultés d'approvisionnement et les problèmes de coûts du bois sont deux facteurs majeurs qui contribueront à augmenter l'utilisation des plantes non-bois comme matière première pour la fabrication du papier à travers le monde. Il est donc important et intéressant de se pencher sur ce problème dès maintenant.

L'objectif de cette étude est de chercher les conditions optimales de mise en pâte chimicomécanique au sulfite alcalin des différentes composantes du kenaf (l'écorce et le noyau) pour la fabrication de papier journal. Le procédé au sulfite alcalin a été choisi parce qu'on est capable de produire une pâte forte et plus facile à blanchir que les pâtes à la soude ou au sulfate. On élimine aussi la pollution par les odeurs de soufre présente dans le procédé kraft.

REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur Jacques Valade qui m'a donné l'opportunité de faire mes premiers pas au Centre de Recherche en Pâtes et Papiers.

J'adresse mes sincères remerciements à mon directeur de recherche, le Dr. Robert Lanouette pour ses encouragements et ses conseils ainsi que son aide financière.

Je remercie également le Dr. Kwei Nam Law pour avoir accepté de codiriger ce mémoire. Ses critiques m'ont toujours été d'un apport appréciable.

Mes remerciements vont également au Conseil de Recherche en Sciences Naturelles et en Génie (CRSNG) grâce à qui ce projet a été réalisé.

Je désire dire un grand merci au Dr. Luc Laperrière, Directeur des études avancées, pour sa précieuse contribution.

J'exprime toute ma gratitude à Madame Suzanne Poirier, Secrétaire du Département de Génie Chimique, pour son aide constante et sa générosité.

Je remercie Monsieur Alain Marchand pour sa patience et sa disponibilité pour toutes les années pendant lesquelles j'ai travaillé à ses côtés au Centre de Recherche en Pâtes et Papiers.

Je remercie enfin toute ma famille pour ses encouragements et son soutien

RÉSUMÉ

Le kenaf (*hibiscus cannabinus*) est une plante non-bois, à croissance rapide (5 à 7 mois). Cultivée depuis 4000 ans en Afrique, elle est aujourd'hui répandue partout dans le monde et son utilisation est très variée. La tige de kenaf fournit deux types de fibres. Les fibres extérieures longues (écorce) et les fibres intérieures courtes (noyau). Le kenaf représente une bonne alternative pour la fabrication du papier, utilisé seul ou mélangé avec d'autres types de fibres (feuillus ou résineux). Il est particulièrement avantageux dans les pays où les coûts de l'énergie sont élevés parce que son raffinage est aisé.

L'objectif de cette étude est de chercher les conditions optimales de mise en pâte chimicomécanique au sulfite alcalin des différentes composantes du kenaf (l'écorce et le noyau) pour la fabrication de papier journal.

Quatre variables sont à l'étude pour la mise en pâte: le temps de cuisson, la température de cuisson, les taux de sulfite de sodium (Na_2SO_3) et d'hydroxyde de sodium (NaOH). Dans un premier temps, des essais préliminaires ont été réalisés au cours desquels le comportement de chaque composante du kenaf a été observé à deux niveaux de température et de temps de cuisson (150°C , 30 minutes) et (170°C , 90 minutes). Le choix des niveaux a été fait d'après les données de la littérature. Dans le but de vérifier l'effet de la variation du taux de NaOH sur les propriétés, trois niveaux de NaOH (5%, 10%, 15%) ont été utilisés pour réaliser les cuissons. Le taux de Na_2SO_3 est fixé à 20% suivant la littérature. Un rapport liqueur/kenaf de 6/1 a été choisi pour les cuissons du noyau. Pour l'écorce, un rapport liqueur/kenaf de 10/1 est nécessaire pour avoir une bonne imprégnation et une bonne circulation de la liqueur car son volume massique est élevé ($25 \text{ cm}^3/\text{g}$ contre $14 \text{ cm}^3/\text{g}$ pour le noyau).

On a noté une baisse importante de la viscosité des pâtes, des propriétés mécaniques et de la blancheur consécutives à une augmentation du taux de soude de 5 à 15%. Il a été donc décidé de diminuer le taux de soude pour la deuxième partie de l'étude. Pour cela, d'autres essais ont été réalisés pour observer le taux de soude à partir duquel les proprié-

tés mécaniques commencent à baisser. Ces taux sont de 10% pour l'écorce et 6% pour le noyau. Les essais ont montré que le traitement à 170°C et 90 minutes est plus favorable à l'indice de déchirure et à la formation de groupements sulfoniques et de carboxyles que celui à 150°C et 30 minutes. Ces niveaux de température et de temps de cuisson (170°C et 90 minutes) sont donc maintenus pour la suite des essais. Des températures et des temps de cuisson plus bas sont également nécessaires pour minimiser les pertes d'hydrates de carbone. La soude agit mieux vers les températures basses (100-140°C) car les effets de gonflement sont plus accentués. L'action protectrice de la blancheur du Na_2SO_3 est, semble-t-il, plus efficace à des températures basses. Il devient donc nécessaire d'élargir les gammes de température en allant chercher des températures plus basses que 150°C.

Dans la deuxième partie de l'étude, un plan expérimental central composite (CCD, 5 niveaux) a été choisi comme étant le plus approprié car il permet d'explorer plusieurs niveaux en un nombre raisonnable d'essais. La température varie de 130°C à 170°C, le temps de cuisson varie de 20 à 100 minutes et le taux de sulfite, de 5 à 21%. Les taux de soude varient de 5 à 9% et de 1 à 5% pour l'écorce et pour le noyau respectivement.

Pour l'écorce et pour des rendements allant de 70 à 82%, la longueur de rupture se situe entre 6,92 et 8,41 km, l'indice de déchirure entre 9,51 et 12,74 mNm^2/g et l'indice d'éclatement entre 5,82 et 6,88 $\text{kpa}\cdot\text{m}^2/\text{g}$, pour un indice d'égouttage de 200 ml. Pour le noyau, et pour des rendements allant de 65 à 84%, la longueur de rupture se situe entre 2,59 et 6,63 km, l'indice de déchirure entre 3 et 4,95 mNm^2/g et l'indice d'éclatement entre 1,03 et 2,72 $\text{kpa}\cdot\text{m}^2/\text{g}$, pour un indice d'égouttage de 150 ml. La blancheur des pâtes est cependant relativement basse pour le produit visé. Pour l'écorce, la blancheur se situe entre 32 et 41% et pour le noyau, entre 39 et 58%.

Les propriétés optimales sont obtenues, dans le cas de l'écorce, avec une température et un temps de cuisson de 150°C et 60 min, des taux de NaOH de 5% et de Na_2SO_3 de 13%. Pour cet essai, le rendement est de 78,6%, la longueur de rupture de 7,8 km, l'indice de déchirure de 9,9 mNm^2/g , l'indice d'éclatement de 6,4 $\text{kpa}\cdot\text{m}^2/\text{g}$ et la blancheur ISO de 41% pour un indice d'égouttage de 200 ml. Dans le cas du noyau, et à 150 ml d'indice

d'égouttage, le rendement est de 73,2%, la longueur de rupture de 6,2 km l'indice de déchirure de 4,0 mNm²/g, l'indice d'éclatement de 2,6 kpa*m²/g et la blancheur ISO de 45%, pour une température et un temps de cuisson de 150°C et 60 min, des taux de NaOH et de Na₂SO₃ de 3% et de 13% respectivement.

Ces résultats ont été comparés à ceux d'une pâte kraft semi blanchie (KSB) et d'une pâte thermomécanique (PTM) de résineux. Ils montrent que la plupart des propriétés de l'écorce sont semblables à celles de la pâte kraft de résineux. Pour un rendement de l'écorce de 34% plus élevé, la longueur de rupture et l'indice d'éclatement sont semblables à celles de la pâte kraft. L'indice de déchirure est cependant en faveur de la pâte kraft avec un écart de 40%.

Les propriétés mécaniques obtenues dans cette étude sont excellentes pour les rendements réalisés, mais pour le produit visé, il est nécessaire d'effectuer un blanchiment. Il serait intéressant d'optimiser un mélange de pâte d'écorce et de noyau de kenaf. Une autre option serait d'optimiser un mélange de pâte thermomécanique de résineux et de nos pâtes d'écorce et de noyau de kenaf. Une formulation de 15% de la pâte semi blanchie de résineux avec 50% de pâte d'écorce et 35% de pâte du noyau permettrait d'obtenir d'excellentes propriétés pour le produit visé tout en minimisant les coûts de blanchiment.

Mots Clés

Kenaf, Écorce, Noyau, sulfite alcalin, chimicomécanique, Hydroxyde de sodium, Sulfite de sodium, plan expérimental.

TABLE DES MATIÈRES

AVANT-PROPOS	ii
RÉSUMÉ.....	iii
Mots Clés	vi
TABLE DES MATIÈRES	vii
LISTE DES FIGURES	x
LISTE DES TABLEAUX	xii
LISTE DES ABRÉVIATIONS	xii
CHAPITRE 1 - INTRODUCTION	1
CHAPITRE 2 - REVUE DE LA LITTÉRATURE	3
2.1 Caractéristiques du kenaf.....	3
2.1.1 Historique.....	3
2.1.2 Caractéristiques physiques	5
2.1.3 Caractéristiques chimiques.....	8
2.2. Généralités sur la mise en pâte chimicomécanique au sulfite alcalin.....	9
2.2.1 Effet de l'hydroxyde de sodium (NaOH)	9
2.2.2 Effet du sulfite de sodium (Na ₂ SO ₃).....	10
2.2.3 Effets combinés du NaOH et du Na ₂ SO ₃	10
2.2.4 La température et le temps de cuisson	11
2.2.5 Rapport liqueur/bois.....	11
2.3 Mise en pâte du kenaf	12
2.4 Avantages et limitations de l'utilisation du kenaf	15
2.4.1 Avantages	15
2.4.2 Limitations	15
CHAPITRE 3 - TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES.....	17
3.1 Approvisionnement.....	17
3.2 Préparation du kenaf	17
3.3 Cuisson du kenaf	17
3.4 Préparation des pâtes	18

CHAPITRE 4 - ESSAIS PRÉLIMINAIRES.....	19
4.1 Détermination de la longueur et de la masse linéique des fibres.....	19
4.2 Conditions de mise en pâte.....	19
4.3 Caractérisation des pâtes et des papiers.....	21
4.4 Résultats et discussions	22
4.4.1 Rendement	22
4.4.2 Viscosité.....	24
4.4.3 Indice Kappa.....	25
4.4.4 Groupements Sulfoniques	26
4.4.5 Groupements Carboxyles	27
4.4.6 Longueur de rupture	28
4.4.7 Indice de déchirure	29
4.4.8 Blancheur	30
4.4.9 Coefficient de diffusion de la lumière.....	31
4.4.10 Coefficient d'absorption de la lumière.....	32
4.5 Conclusions pour les essais préliminaires	33
CHAPITRE 5 - EFFET DES VARIABLES LORS DE LA MISE EN PÂTE AU	
SULFITE ALCALIN DU KENAF.....	35
5.1 Plan expérimental	37
5.2 Résultats et discussions	42
5.2.1 Analyse statistique	42
5.2.2 Propriétés des pâtes et des papiers	48
5.2.2.1 Rendement	48
5.2.2.1.1 Écorce	48
5.2.2.1.2 Noyau	49
5.2.2.2 Longueur de rupture	53
5.2.2.2.1 Écorce	53
5.2.2.2.2 Noyau	54
5.2.2.3 Indice de déchirure	54
5.2.2.3.1 Écorce	54

5.2.2.3.2 Noyau	55
5.2.2.4 Blancheur	55
5.2.2.4.1 Écorce	55
5.2.2.4.2 Noyau	55
5.2.2.5 Coefficient de diffusion de la lumière	62
5.2.2.5.1 Écorce	62
5.2.2.5.2 Noyau	62
5.2.2.6 Coefficient d'absorption de la lumière	62
5.2.2.6.1 Écorce	62
5.2.2.6.2 Noyau	63
5.2.3 Conclusions	63
5.2.4 Comparaison des résultats des essais avec des propriétés d'une pâte kraft et d'une pâte thermomécanique (PTM) de résineux	69
CHAPITRE 6 - CONCLUSIONS	72
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	74
ANNEXE 1 PROPRIÉTÉS DES PÂTES ET PAPIERS LORS DES ESSAIS PRÉLIMINAIRES	78
ANNEXE 2 PROPRIÉTÉS DES PÂTES ET PAPIERS POUR LE CCD	83

LISTE DES FIGURES

FIGURE 2.1 Les deux parties de la tige du kenaf : l'écorce et le noyau.....	6
FIGURE 3.1 Schéma du lessiveur double de laboratoire (M/K system)	18
FIGURE 4.1 Schéma du cycle des cuissons.....	21
FIGURE 4.2 Effet des variables à l'étude sur le rendement	23
FIGURE 4.3 Effet des variables à l'étude sur la viscosité	24
FIGURE 4.4 Effet des variables à l'étude sur l'indice Kappa	25
FIGURE 4.5 Effet des variables à l'étude sur le taux de sulfonation	26
FIGURE 4.6 Effet des variables à l'étude sur le taux de carboxyles	27
FIGURE 4.7 Variations de la longueur de rupture à 100 ml d'indice d'égouttage	28
FIGURE 4.8 Variations de l'indice de déchirure à 100 ml d'indice d'égouttage	29
FIGURE 4.9 Effet des variables à l'étude sur la blancheur à 100 ml d'indice d'égouttage	30
FIGURE 4.10 Effet des variables à l'étude sur le coefficient de diffusion de la lumière à 100 ml d'indice d'égouttage	31
FIGURE 4.11 Effet des variables à l'étude sur le coefficient d'absorption à 100 ml d'indice d'égouttage	32
FIGURE 5.1 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour le rendement dans le cas de l'écorce	50
FIGURE 5.2 Relation entre les valeurs prédites et celles observées pour le rende- ment dans le cas de l'écorce	51
FIGURE 5.3 Diagramme Pareto et lignes de contour pour le rendement dans le cas du noyau	52
FIGURE 5.4 Relation entre les valeurs prédites et celles observées pour le rende- ment dans le cas du noyau	53
FIGURE 5.5 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour la longueur de rupture dans le cas de l'écorce	56
FIGURE 5.6 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour la longueur de rupture dans le cas du noyau	57

FIGURE 5.7 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour l'indice de déchirure dans le cas de l'écorce	58
FIGURE 5.8 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour l'indice de déchirure dans le cas du noyau	59
FIGURE 5.9 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour la blancheur dans le cas de l'écorce	60
FIGURE 5.10 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour la blancheur dans le cas du noyau	61
FIGURE 5.11 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour la blancheur pour le coefficient de diffusion dans le cas de l'écorce.....	65
FIGURE 5.12 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour la blancheur pour le coefficient de diffusion dans le cas de le noyau	66
FIGURE 5.13 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour la blancheur pour le coefficient d'absorption dans le cas de l'écorce	67
FIGURE 5.14 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour la blancheur pour le coefficient d'absorption dans le cas de l'écorce	68

LISTE DES TABLEAUX

TABLERAU 2.1: Production mondiale de kenaf et de fibres apparentées (en milliers de tonnes) (9)	4
TABLERAU 2.2 : Les principales applications et marchés du kenaf (7, 8)	5
TABLERAU 2.3 Caractéristiques morphologiques des fibres de kenaf comparés à celles de résineux et feuillus (13, 14).	7
TABLERAU 2.4 Caractéristiques chimiques des composantes du kenaf comparées à celles du bois (14, 15).....	8
TABLERAU 4.1 Longueurs et masses linéiques des fibres de l'écorce et du noyau	19
TABLERAU 4.2 Choix des variables et des niveaux.....	20
TABLERAU 4.3 Concentration des liqueurs de cuisson.....	20
TABLERAU 4.4 Les méthodes d'essai normalisées.....	22
TABLERAU 5.1 Propriétés des pâtes et papiers de l'écorce interpolées à 100 ml d'indice d'égouttage.....	35
TABLERAU 5.2 Propriétés des pâtes et papiers du noyau interpolées à 100 ml d'indice d'égouttage.....	36
TABLERAU 5.3 Choix des niveaux des variables du plan expérimental pour l'écorce	37
TABLERAU 5.4 Choix des niveaux des variables du plan expérimental pour le noyau	38
TABLERAU 5.5 Choix des niveaux des variables du plan expérimental pour l'écorce et le noyau.....	39
TABLERAU 5.6 Points expérimentaux pour l'écorce	40
TABLERAU 5.7 Points expérimentaux pour le noyau.....	41
TABLERAU 5.8 Modèle d'analyse de la variance pour le rendement dans le cas de l'écorce	44
TABLERAU 5.9 Modèle d'analyse de la variance pour le rendement dans le cas du noyau	44
TABLERAU 5.10 Résultats de l'analyse de régression pour l'écorce	47
TABLERAU 5.11 Résultats de l'analyse de régression dans le cas du noyau	48
TABLERAU 5.12 Meilleures propriétés des pâtes et papiers de l'écorce lors de l'optimisation à 200 ml d'indice d'égouttage	69

TABLEAU 5.13 Meilleures propriétés des pâtes et papiers du noyau lors de l'optimisation à 150 ml d'indice d'égouttage	70
TABLEAU 5.14 Propriétés des pâtes et papiers de kenaf et celles de kraft et PTM de résineux	71
TABLEAU A1.1 Propriétés des pâtes et des papiers de l'écorce interpolées à 100 ml d'indice d'égouttage produites à 150°C et 30 minutes	79
TABLEAU A1.2 Propriétés des pâtes et des papiers de l'écorce interpolées à 100 ml d'indice d'égouttage produites à 170°C et 90 minutes	80
TABLEAU A1.3 Propriétés des pâtes et des papiers du noyau interpolées à 100 ml d'indice d'égouttage produites à 150°C et 30 minutes	81
TABLEAU A1.4 Propriétés des pâtes et des papiers du noyau interpolées à 100 ml d'indice d'égouttage produites à 170°C et 90 minutes	82
TABLEAU A2.1 Propriétés des pâtes et papiers pour l'écorce	84
TABLEAU A2.2 Propriétés des pâtes et papiers pour l'écorce	85
TABLEAU A2.3 Propriétés des pâtes et papiers pour l'écorce	86
TABLEAU A2.4 Propriétés des pâtes et papiers pour l'écorce	87
TABLEAU A2.5 Propriétés des pâtes et papiers pour l'écorce	88
TABLEAU A2.6 Propriétés des pâtes et papiers pour l'écorce	89
TABLEAU A2.7 Propriétés des pâtes et papiers pour l'écorce	90
TABLEAU A2.8 Propriétés des pâtes et papiers pour le noyau	91
TABLEAU A2.9 Propriétés des pâtes et papiers pour le noyau	92
TABLEAU A2.10 Propriétés des pâtes et papiers pour le noyau	93
TABLEAU A2.11 Propriétés des pâtes et papiers pour le noyau	94
TABLEAU A2.12 Propriétés des pâtes et papiers pour le noyau	95
TABLEAU A2.13 Propriétés des pâtes et papiers pour le noyau	96
TABLEAU A2.14 Propriétés des pâtes et papiers pour le noyau	97

LISTE DES ABRÉVIATIONS

Na_2SO_3	Sulfite de sodium
NaOH	Hydroxyde de sodium
CCD	Plan central composite
KSB	Kraft semi blanchi
PTM	Pâte thermomécanique
U.S.D.A	United State Department of Agriculture
TMSA/ha	Tonne métrique séchée à l'air par hectare
PH	Pouvoir hydrogène
OH^-	Ion hydroxyde
SO_2	Sulfure d'oxygène
HSO_3^-	Sulfure d'hydrogène
Ltd	Limited
CH_3COOH	Acide acétique
H_2O_2	Peroxyde
Min	Minutes
Max	Maximum
A.T.P.P.C	Association technique des pâtes et papier du canada
ETA	Énergie de tension absorbée
α	Niveau de signification du test
N	Nombre d'essais
B	Bast (écorce)
C	Core (noyau)
ANOVA	Analyse de la variance
SCER	Somme des carrés des écarts dus à la régression
SCR	Somme des carrés des résidus
D_L	Degré de liberté
R^2	Coefficient de corrélation de la régression
R_A^2	Coefficient de corrélation de la régression ajusté

SCT	Somme totale des carrés des écarts
SCR	Somme des carrés des résidus
SC _{EP}	Somme des carrés de l'erreur pure
SC _{MA}	Somme des carrés due au manque d'ajustement.
N	Nombre d'essais réalisés
X	Variable

CHAPITRE 1 - INTRODUCTION

L'importance des plantes non-bois pour la fabrication du papier a été établie dès les années 70. Ce sont des résidus agricoles (bagasse de canne à sucre, paille de céréales, de sorgho et de riz), des plantes qui poussent naturellement (le bambou, l'alfa, le roseau et certaines herbes), les fibres libériennes (la jute, le chanvre, le kenaf, la ramie, l'ocra, le sisal et le coton) et les fibres de banane et d'ananas.

Plusieurs pays comme les États-Unis, et la plupart des pays asiatiques ont vite montré beaucoup d'intérêt pour cette source de fibres parce que la disponibilité du bois ne rencontrait plus la demande croissante de l'industrie des pâtes et papiers: la consommation mondiale de papiers est passée de 165 millions de tonnes en 1963 à 314,3 millions de tonnes en 1999 avec des prévisions de 425 millions de tonnes pour 2010 (1).

La capacité de production de pâtes à partir de non-bois a donc augmenté de façon spectaculaire passant de 9,3 millions de tonnes de pâtes (6,9% de la capacité mondiale) en 1975 à 23 millions de tonnes en 1997 soit 10,9% de la capacité mondiale (2, 3) avec en tête la paille, la bagasse et le bambou.

Les difficultés d'approvisionnement et les problèmes de coûts du bois sont deux facteurs majeurs qui contribueront à augmenter l'utilisation des plantes non-bois comme matière première pour la fabrication du papier à travers le monde.

Dans certaines régions où le marché des pâtes et papiers est limité, les plantes non-bois offrent la possibilité de construire de petites usines économiques puisque le procédé de mise en pâte est généralement simple. Dans des pays où la source ligneuse est limitée comme la Chine et l'Inde, les pâtes des plantes non-bois représentent 50 à 75% de la matière première fibreuse pour la fabrication du papier. Au Canada et aux États-Unis, le bois continuera longtemps d'occuper la première place malgré le développement accéléré de l'utilisation des plantes non-bois.

Des études réalisées par le Département américain de l'Agriculture (U.S.D.A.) sur les plantes non-bois dans les années 60 et 70 sur 1200 espèces de fibres ont montré que le kenaf est la plus rentable sur les plans économique et technique, en plus de ses excellentes caractéristiques papetières (3).

L'objectif de cette étude est de chercher les conditions optimales de mise en pâte chimicomécanique au sulfite alcalin des différentes composantes du kenaf (l'écorce et le noyau) pour la fabrication de papier journal.

Le procédé au sulfite alcalin a été choisi parce qu'on est capable de produire une pâte forte et plus facile à blanchir que les pâtes à la soude ou au sulfate. On élimine aussi la pollution par les odeurs de sulfure présente dans le procédé kraft (4, 5).

La première partie de cette étude est consacrée à des essais préliminaires au cours desquels des pâtes ont été produites à différents taux de soude (NaOH) et à deux niveaux de température et de temps de cuisson. La deuxième partie est une optimisation des variables à l'étude, à partir des résultats obtenus lors des essais préliminaires.

CHAPITRE 2 - REVUE DE LA LITTÉRATURE

2.1 Caractéristiques du kenaf

2.1.1 Historique

Le kenaf est originaire d'Afrique (Soudan) il y a environ 4000 ans. Les fibres d'écorce servaient à la fabrication de ficelles, de cordages, de filets de pêche et de fibres textiles. Le noyau était utilisé comme source de chaleur (6, 7).

La plante s'est ensuite établie en Asie du Sud vers 1900, puis en Inde, en Chine et en Union Soviétique. Pendant la seconde guerre mondiale, le Département américain de l'Agriculture (U.S.D.A.) entreprend des recherches sur le kenaf parce qu'il n'était plus possible d'importer du jute d'Asie, à cause de la guerre (6).

Vers les années 60, les États-Unis et certains pays d'Asie commencèrent à envisager l'utilisation du kenaf comme source de fibres dans la fabrication du papier. La première usine démarra en Asie, au Nord-Est de la Thaïlande (6). Le kenaf est aujourd'hui cultivé partout dans le monde et son utilisation est très variée. En plus de leurs propriétés papières et textiles, les fibres d'écorce sont utilisées dans la fabrication de tapis pour la décoration intérieure. Les fibres du noyau sont utilisées comme litière pour animaux, matériau d'emballage, absorbeurs d'huile pour le nettoyage, etc. En Italie, on cultive déjà le kenaf à grande échelle pour fabriquer des garnitures intérieures des voitures de marques Ford, Saab et Volvo. Kafus, le principal cultivateur de kenaf aux États-Unis est en train d'exploiter de façon intensive les opportunités dérivant de l'utilisation du kenaf dans la fabrication de mélanges de fibres naturelles, qui viendront substituer les fibres de verre et les matières plastiques actuellement utilisées dans l'industrie automobile et dans d'autres secteurs de l'industrie (8).

Le tableau 2.1 montre la production mondiale de kenaf et fibres apparentées. Le tableau 2.2 est un résumé des différentes applications et marchés du kenaf.

TABLEAU 2.1: Production mondiale de kenaf et de fibres apparentées (en milliers de tonnes) (9)

	1996/1997	1997/1998	1998/1999	1999/2000	2000/2001	2001/2002
Chine	364,9	429,5	248,0	164,0	126,0	136,0
Inde	210,4	198,7	182,2	198,2	198,0	220,0
Cambodge	0,9	2,3	2,0	2,0	2,0	2,0
Indonésie	3,4	3,8	7,2	7,0	7,0	7,0
Thaïlande	109,3	106,4	47,2	29,7	29,6	29,5
Vietnam	15,0	22,3	14,6	9,1	9,1	9,0
Brésil	12,0	11,8	8,6	7,9	8,2	8,0
Cuba	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
Afrique	13,9	14,2	13,8	13,7	12,0	11,5
Proche-Orient	5,1	5,3	4,2	3,7	3,6	3,3
Pays développés	7,4	7,4	7,3	7,0	7,0	7,0
Monde	761,3	818,7	553,6	459,8	420,0	450,3

TABLEAU 2.2 : Les principales applications et marchés du kenaf (7, 8)

Écorce	Noyau	Tige entière
<ul style="list-style-type: none"> - Cordes, textiles, pâtes à papier (7) - Tapis (7) - Substitut de fibres de verres dans l'industrie plastique (8) - Feutres d'isolement (bâtiment) (8) - Industrie automobile : Feutres d'isolement; inserts de porte; supports intérieurs; supports de plafonds; lunettes arrières; isolation de cabines de camions (8). 	<ul style="list-style-type: none"> - Litière pour les volailles (7) - Matériau d'emballage (7) - Pâtes à papier (agent de rem- plissage) - Panneaux pour ameublement - Traitement des déchets; contrôle de la pollution; nettoyage de produits chi- miques; nettoyage de pro- duits pétroliers (8). - Produits micronisés pour l'industrie du cosmétique (8). 	<ul style="list-style-type: none"> -Pâte à papier -Panneaux d'isolement thermique (bâtiment) (8) -Panneaux "Sandwich" (bâ- timent) (8) -Isolation acoustique (bâtiment) (8) -Panneaux pour ameuble- ment -Décoration interne (8) -Litières pour chevaux, ruminants et volailles (7)

2.1.2 Caractéristiques physiques

Le kenaf est une plante non-bois, membre de la famille des *malvacea* comme le coton et l'ocra. Les deux meilleures variétés de kenaf étudiées comme matière première pour la pâte à papier sont *l'hibiscus cannabinus* et *l'hibiscus sabdariffa* ou *Roselle*. La plante a une hauteur d'environ 3,5 m et un diamètre moyen de 3 cm. Le cycle de croissance se situe entre 5 et 7 mois selon le climat. Dans un climat tropical, on peut obtenir deux récoltes par an. Le rendement est de 18 à 20 TMSA/ha (tonne métrique séchée à l'air). La variété *Roselle* est cultivée dans des pays à climat tropical puisqu'elle est plus résistante aux attaques des insectes et à la sécheresse. Mais elle n'est pas un bon produit de remplacement pour le kenaf en raison de sa croissance lente et de son bas rendement (2, 6, 10).

Étant un dicotylédon, la tige de kenaf comprend deux parties distinctes : la partie externe, l'écorce (*bast*), constitue 35 à 40% de la tige entière avec des fibres d'une longueur comparable à celle des bois résineux (2-4 mm). La partie interne, le noyau (*core*), est formée par contre de fibres courtes d'une longueur moyenne de 0,6 mm (11). La figure 2.1 montre la tige et les deux parties du kenaf, l'écorce et le noyau.

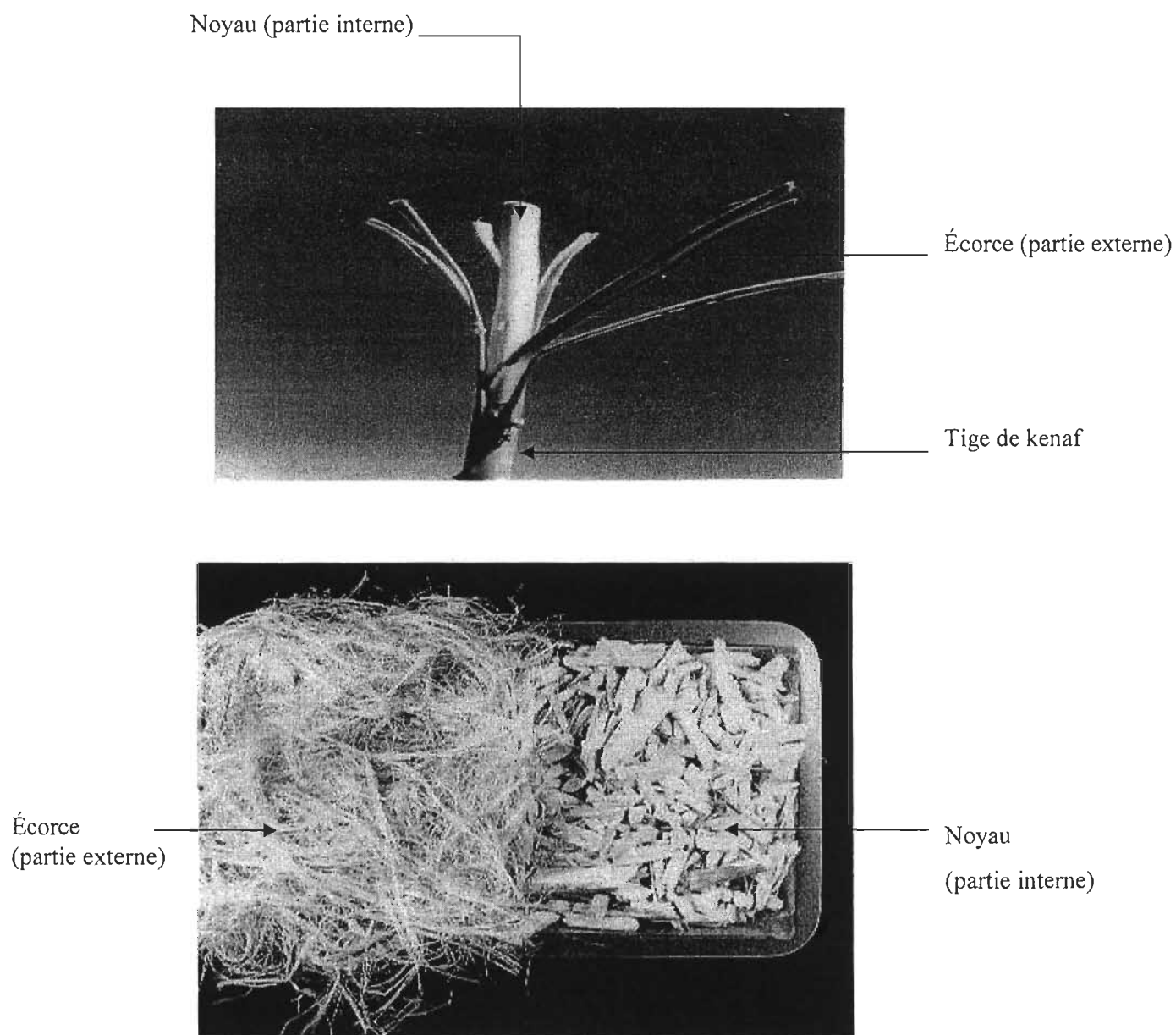


FIGURE 2.1 Les deux parties de la tige du kenaf : l'écorce et le noyau

Le mode de séparation de l'écorce et du noyau permet d'obtenir des fibres d'écorce d'une pureté située entre 94 et 99% (12). Cette technique de séparation permet d'effectuer des mélanges intéressants, ce qui peut représenter des avantages de coût pour le papetier. La récolte du kenaf se fait entre 10 et 12 % d'humidité. Le tableau 2.3 présente un portrait général des caractéristiques morphologiques des fibres du kenaf. Ceux des fibres de feuillus et de résineux sont indiqués à titre de comparaison.

TABEAU 2.3 Caractéristiques morphologiques des fibres de kenaf comparés à celles de résineux et feuillus (13, 14)

	Kenaf (14)		Feuillus (13)	Résineux (13)
	Écorce (Bast)	Noyau (Core)		
Longueur (mm)	2 - 4	0,5 - 0,7	0,8 - 1,6	2 - 4
Diamètre (µm)	14 -33	30 - 38	15 - 25	20 - 50
Indice de minceur (Longueur/Diamètre)	≈130	≈20	≈50	≈100

Les fibres de l'écorce donneront de meilleures propriétés mécaniques car elles sont longues et donnent un degré de liens inter-fibres plus élevé. Il existe une corrélation directe entre la déchirure et la longueur des fibres surtout pour un réseau non fortement lié, où la déchirure résulte de l'arrachage des fibres. Les fibres courtes du noyau apporteront au papier l'opacité, une bonne stabilité dimensionnelle et un bon fini de surface. En mélangeant les fibres d'écorce et celles du noyau en proportions optimales, on pourrait obtenir les propriétés voulues.

2.1.3 Caractéristiques chimiques

Le tableau 2.4 présente les caractéristiques chimiques des différentes composantes du kenaf comparés à celles du bois.

TABLEAU 2.4 **Caractéristiques chimiques des composantes du kenaf comparées à celles du bois (14, 15)**

	Kenaf (14)		Épinette (15)	Bouleau blanc (15)
	Écorce (bast)	Noyau(core)		
Lignine klason (%)	7,7	17,4	27,1	18,5
Cellulose (%)	57,4	51,2	44	41
Cendres (%)	5,5	2,9	0,36	0,3
Extractibles (%)				
Eau chaude	14	7,8	2,2	2,7
1% NaOH	33,7	32,1	13,2	20,1

Le plus grand contenu de l'écorce en cellulose pourrait expliquer qu'on puisse avoir de meilleurs rendements et de meilleures qualités de force. Le plus grand contenu du noyau en lignine pourrait indiquer des conditions plus rigoureuses de mise en pâte.

2.2 Généralités sur la mise en pâte chimicomécanique au sulfite alcalin

2.2.1 Effet de l'hydroxyde de sodium (NaOH)

Le NaOH est un agent de gonflement de la cellulose. En effet, la cellulose possède un caractère polaire dû à la présence de ses nombreux groupements hydroxyles. En présence d'une solution de NaOH qui est polaire, il y a formation de liaisons hydrogène entre la cellulose et les molécules du solvant. La cellulose se gorge de liquide, augmente de volume et devient plus flexible. Ces phénomènes de gonflement se produisent également avec les hémicelluloses: la soude provoque la présence d'ions carboxyles dans les hémicelluloses et favorise leur gonflement.

Le NaOH dégrade la lignine par l'hydrolyse des liaisons aryle éther. Malheureusement, cette dégradation de la lignine lors des mises en pâte alcaline s'accompagne généralement de pertes importantes d'hydrates de carbone. Cette réaction communément appelée "peeling", est la réduction des chaînes de cellulose et d'hémicellulose en sucres individuels. Ces unités de sucre se retrouvent dans la liqueur noire sous forme d'acide saccharinique (16). Cette dégradation des hydrates de carbone a lieu même en milieu alcalin faible. La perte des hémicelluloses, à cause de ses structures chimiques, est beaucoup plus rapide que celle de la cellulose et a lieu très tôt lors de la mise en pâte, à des températures en dessous de 130°C.

L'augmentation du pH, ou de l'alcalinité dans les cuissons alcalines accélère la cuisson et augmente généralement la résistance des pâtes mais elle est néfaste pour la blancheur et réduit le taux de drainage à cause des effets de gonflement.

Au cours des cuissons alcalines, se produisent des réactions de condensation de la lignine qui diminuent la solubilité de la lignine résiduelle et retardent la délignification. La condensation est la formation de liaisons carbone-carbone entre les structures de la lignine. Ces liaisons résistent à l'hydrolyse acide mais sont attaquées par les ions hydroxy-

les OH^- . Pendant ces réactions, la lignine précipite sur les fibres ce qui est néfaste pour les propriétés des pâtes et des papiers (16, 17).

2.2.2 Effet du sulfite de sodium (Na_2SO_3)

Le Na_2SO_3 est un agent de sulfonation. La sulfonation est l'introduction de groupes d'acide sulfonique HSO_3^- qui brise le réseau ramifié de la lignine et le rend hydrophile. Les fibres deviennent ainsi plus flexibles et créent des liaisons fortes (16, 18). Le Na_2SO_3 améliore donc la résistance de la pâte et augmente la densité de la feuille. Le Na_2SO_3 est aussi un antioxydant, il protège donc la blancheur des fibres. Mais les solutions de sulfite ne font pas seulement sulfoner la lignine, elles provoquent également l'hydrolyse des groupes esters et lactone en ions carboxyles (19).

2.2.3 Effets combinés du NaOH et du Na_2SO_3

La sulfonation a lieu à n'importe quel pH mais décroît rapidement avec une augmentation de l'alcalinité. À pH neutre, le taux de sulfonation dépend principalement de la concentration en SO_2 et des sites disponibles pour la sulfonation; mais le taux de dissolution de la lignine est principalement lié à la température (20). Dans le cas du tremble, une étude réalisée par Beaston *et al* (20) sur les facteurs influençant la formation de groupements sulfoniques et carboxyles, a montré qu'à pH 7 et à une concentration en SO_2 de 1 mol/l, une augmentation de la température entraîne une augmentation du taux de sulfonates et de carboxyles. Entre 120 et 140°C, le taux de sulfonation augmente de 60% pour chaque élévation de température de 10°C. Par contre, à pH alcalin, les réactions de sulfonation de la lignine sont aisées mais le passage en solution est lent d'où la nécessité d'effectuer les traitements à température élevée afin d'augmenter la vitesse de la réaction (20). En milieu alcalin fort, l'action des ions HSO_3^- est vite arrêtée et les ions hydroxydes prennent place comme agent de délignification (16). L'action protectrice de la blancheur du Na_2SO_3 dépend du niveau du NaOH et de la température.

La combinaison de la soude et du sulfite de sodium provoque une solubilisation adéquate de la lignine par le fait qu'elle combine la dissolution du phénol et la dépolymérisation.

Le traitement au sulfite alcalin à haute température favorise donc la fibrillation interne des fibres et leur flexibilité par suite du gonflement. Des fibres fines et flexibles offrent une meilleure adhésion inter-fibre de la feuille.

2.2.4 La température et le temps de cuisson.

La température de cuisson nécessaire pour produire une pâte donnée dépend de la quantité de produits chimiques appliquée et du temps de cuisson. Des températures plus élevées nécessitent des temps de cuisson plus courts. Dans les mises en pâte utilisant le NaOH, des températures élevées (150-190°C) offrent une délignification importante mais la perte des hydrates de carbone est également importante, entraînant une baisse importante de rendement. À ces températures, l'accessibilité des hydrates de carbone à l'eau augmente et l'excès d'eau peut briser les liaisons hydrogènes existant, annulant les centres d'attraction. À des températures plus basses (100-140°C), la perte d'hydrates de carbone est encore importante mais les effets de gonflement sont plus accentués (17). Des températures de cuisson élevées provoquent non seulement une dégradation excessive des hydrates de carbone mais augmentent les réactions de condensation qui affaiblissent la pâte. Ces températures (150-190°C) augmentent le taux de diffusion et favorisent une pénétration plus uniforme de la liqueur de cuisson. Le taux de réaction est également accéléré, ce qui réduit considérablement le taux de rejets dans la pâte (17, 21).

2.2.5 Rapport liqueur/bois

Un faible rapport liqueur/bois résulte en un taux de délignification plus élevé ce qui peut être attribué à une augmentation de la concentration de l'alcali. Il est donc nécessaire d'avoir un équilibre entre la charge d'alcali et le rapport liqueur/bois pour éviter une dégradation de la cellulose. Pour les plantes non-bois, les rapports liqueur/bois utilisés

varient entre 6/1 et 10/1 selon le volume massique de la matière première et le type de lessiveur utilisé.

2.3 Mise en pâte du kenaf

De façon générale, les deux composantes du kenaf (écorce et noyau) se comportent différemment pendant les opérations de mise en pâte et de fabrication du papier, mais aussi pendant l'utilisation du papier comme par exemple lors de l'impression.

À cause de la nature différente des fibres de kenaf, il apparaît que la réduction optimale du kenaf en pâte est atteinte en faisant cuire l'écorce et le noyau séparément. Quand on décide de cuire la tige entière, il est important de se placer dans des conditions où on pourra cuire le noyau suffisamment sans trop cuire l'écorce (22).

Les fibres de kenaf sont de bonne qualité pour pratiquement n'importe quel grade de papier y compris le papier journal et les grades spéciaux. Les fibres d'écorce donnent une pâte extrêmement résistante qui peut être utilisée dans la fabrication de papiers spéciaux, tandis que les fibres du noyau peuvent être utilisées comme matériel de remplissage dans la fabrication de carton et de panneaux. Les fibres du kenaf sont également utilisées en tapisserie (7).

Le kenaf, comme beaucoup d'autres plantes non-bois, a une structure ouverte et un contenu en lignine bas qui font que sa mise en pâte se fait aisément. Dans la plupart des cas, la quantité de produits chimiques et le temps nécessaire pour sa mise en pâte sont plus bas que dans le cas du bois.

Le plus grand contenu de cellulose de l'écorce fait qu'elle donne de meilleurs rendements et une très bonne qualité de pâte. La pâte d'écorce donne un indice d'égouttage plus élevé, un indice kappa plus bas et est plus facile à blanchir et développe de meilleures propriétés de force que la pâte du noyau et la pâte fabriquée à partir de la tige entière (14). Une pâte composée de 65% de pâte thermomécanique (PTM) de kenaf et de 35% de pâte

de kenaf à la soude blanchie ont donné du papier dont les propriétés sont comparables à celles du papier journal (23).

Des essais réalisés à grande échelle aux États-Unis et au Canada (24) ont prouvé qu'une pâte chimicomécanique (PCM) de kenaf peut être utilisée dans la fabrication de papier journal. Ces mêmes essais ont montré que les pâtes de kenaf ont d'excellentes propriétés mécaniques sans qu'on ait besoin de les raffiner. Un mélange de 35% de fibres du noyau et 65 % de fibres d'écorce donne du papier ayant une meilleure force de traction que des feuilles fabriquées à partir de 100 % de fibres d'écorce. En effet, les fibres courtes du noyau remplissent les interstices du réseau fibreux, ce qui augmente l'adhésion inter fibre de la feuille. Une utilisation économique de la pâte du noyau est de la mélanger avec une pâte ayant un taux de drainage élevé et une force de traction faible.

Pour la production de pâtes à blanchir et de pâtes écruës de haut grade, les procédés kraft et à la soude sont préférés aux autres procédés car ces procédés sont généralement simples et la récupération des produits chimiques dans les grandes usines est facilitée grâce à un système de récupération bien établi. Les procédés au sulfite ou au bisulfite requièrent l'utilisation d'équipement en acier inoxydable et la récupération des produits chimiques est compliquée et coûteuse. Cependant, le procédé au sulfite donne de meilleures pâtes à haut rendement dans le cas de l'écorce. Dans le cas d'usines trop petites pour justifier la récupération de produits chimiques, la mise en pâte à l'aide du sulfite d'ammonium ou de l'acide nitrique peut être une solution, l'effluent pouvant servir de fertilisant (24).

Le procédé soude-anthraquinone est très favorable au kenaf. Les rendements sont élevés et les propriétés de force sont meilleures que dans le procédé à la soude (25).

L'étude de la mise en pâte par le procédé soude oxygène effectuée par Eroglu *et al* (26) sur plusieurs types de plantes non-bois a montré que la mise en pâte soude oxygène présente un avantage par rapport au sulfate ou à la soude parce que le taux de délignification

est plus élevé, la blancheur plus élevée, le rendement plus élevé et le temps de cuisson plus court. En plus, la pollution à l'air associée aux procédés au sulfate est totalement éliminée et celle de l'eau réduite.

Karlgren et al (22) ont montré que généralement, la pâte fabriquée à partir de l'écorce et du noyau du kenaf donnent des propriétés semblables à celles des pâtes kraft blanchies de résineux et de feuillus. Les fibres du noyau peuvent être utilisées tel quel, sans raffinage. Elles sont très sensibles au raffinage et peuvent affecter le taux de drainage si elles sont surraffinées. La charge maximale d'alcali varie entre 15 et 20%, et il n'est pas nécessaire généralement d'accroître cette charge au delà de 20% au risque de dégrader la cellulose.

Des études réalisées par Bagby (23) et Hodgson et al (27) ont montré qu'une pâte thermomécanique (PTM) de kenaf ne peut pas être utilisée dans la fabrication de papier journal si ses propriétés ne sont pas améliorées par une addition raisonnable de pâte kraft.

Dans l'industrie du papier journal, la mise en pâte chimicomécanique du kenaf requiert 37 % moins d'énergie que celle du pin du sud. Le kenaf requiert moins de produits chimiques pour le blanchiment que le bois. Le papier journal à base de kenaf ayant peu de lignine, jaunit moins que le papier journal traditionnel et utilise moins d'encre (7).

Bagby et al (28) ont comparé les pâtes kraft et à la soude du kenaf et ont prouvé que contrairement à ce qui est dit de la longue suprématie de la pâte kraft sur la pâte à la soude, les rendements et les caractéristiques mécaniques de la pâte sulfate et de la pâte à la soude sont semblables. Le taux de drainage de la pâte à la soude est meilleure que celle de la pâte kraft, ce qui renforce le concept d'éliminer le sulfure dans la mise en pâte afin de réduire la pollution.

2.4 Avantages et limitations de l'utilisation du kenaf

2.4.1 Avantages

La possibilité d'utiliser une machine pour séparer la tige en ses deux parties distinctes (l'écorce et le noyau), d'avoir ainsi deux types de fibres (des fibres longues de l'écorce et les fibres courtes du noyau) et la possibilité d'effectuer des mélanges dans différentes proportions dépendant du type de produit désiré, représentent un avantage certain pour le papetier. Dans une usine, cette machine peut être placée immédiatement après le stade de lavage; on peut obtenir ainsi des procédés de cuisson et deux lignes de blanchiment distinctes. La séparation des fibres permet de procéder à un raffinage adéquat des fibres du noyau, ce qui permet de prévenir un drainage lent (29).

La quantité de produits chimiques nécessaires pour la mise en pâte et le blanchiment est relativement basse comparée au bois (30).

L'énergie de raffinage est très basse, ce qui est non négligeable surtout pour les pays où le coût de l'énergie est élevé (30).

Un des plus grands avantages du kenaf est qu'on peut construire des unités de production beaucoup plus réduites que les usines conventionnelles ce qui est très intéressant pour les endroits où on n'a pas besoin ou pas les moyens de construire des "méga projets" (29).

2.4.2 Limitations

Le kenaf à cause de son volume massique élevé, occasionne des coûts élevés de transport, de stockage et de manipulation de toute sorte. Il requiert également des lessiveurs de plus grande capacité que ceux utilisés pour le bois. Des pertes de 3 à 20 % de matériel fin durant la manipulation et pendant le stockage ont été déplorées (30).

Le taux de drainage est relativement bas quand on considère la tige entière et c'est une des raisons pour lesquelles il est préférable de séparer l'écorce et le noyau lors de la mise en pâte (29).

Le kenaf, comme la plupart des plantes non-bois a un pourcentage de silice élevé. Durant les opérations de mise en pâte, la silice est dissoute, ce qui cause des problèmes pendant les opérations de récupération de la liqueur noire (30):

- Augmentation de la viscosité de la liqueur noire
- Dépôts de saletés dans les différentes parties du système de récupération (évaporateurs, chaudières, etc.).
- Formation de gels colloïdaux dans le système de caustification.

CHAPITRE 3 -TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

3.1 Approvisionnement

Le kenaf utilisé dans cette étude provient de Raymondville au Texas (États-Unis). Il a été livré par Kenaf Industries Ltd. en ballots de fibres d'écorce, de fibres du noyau et de fibres de la tige entière, c'est-à-dire un mélange d'environ 35% de fibres d'écorce et 65% de fibres de noyau. L'humidité du kenaf (écorce et noyau) étaient de 12% et les fibres d'écorces étaient pures à 80% environ, les 20 % restant étant des fibres du noyau.

3.2 Préparation du kenaf

Pour cette étude, les fibres du kenaf ont été traitées séparément. Les fibres ont été lavées par flottaison pour éliminer les impuretés. Le noyau étant beaucoup plus dense que l'écorce, le lavage a permis d'améliorer la pureté des deux types de fibres. La pureté des fibres d'écorce, mesurée en pesant les deux fractions séparées manuellement, est passée de 80 à 98% environ. Les fibres ont été ensuite séchées à l'air jusqu'à une siccité d'environ 85 %. Elles ont été ensuite entreposées pour le temps des cuissons.

3.3 Cuisson du kenaf

La cuisson a été effectuée dans un lessiveur double de laboratoire (modèle M/K 409, M/K system inc.), d'une capacité de 6,4 litres, à chauffage indirect et circulation forcée (figure 3.1). Un système de commande permet de contrôler la température. Deux paniers sont utilisés pour alimenter le lessiveur en fibres. Le deuxième panier (petit) sert à déterminer le rendement. Les produits chimiques (NaOH et Na₂SO₃) sont ajoutés sous forme de solide et la quantité d'eau nécessaire à la cuisson est ensuite ajoutée. Le système de pompage de la liqueur est actionné avant la fermeture du lessiveur. On s'assure ainsi qu'il y aura une bonne circulation de la liqueur dans le lessiveur. Une vanne permet

d'évacuer la liqueur usée à la fin de la cuisson. Le kenaf est ensuite lavé à grande eau pour évacuer une bonne partie de la liqueur résiduaire.

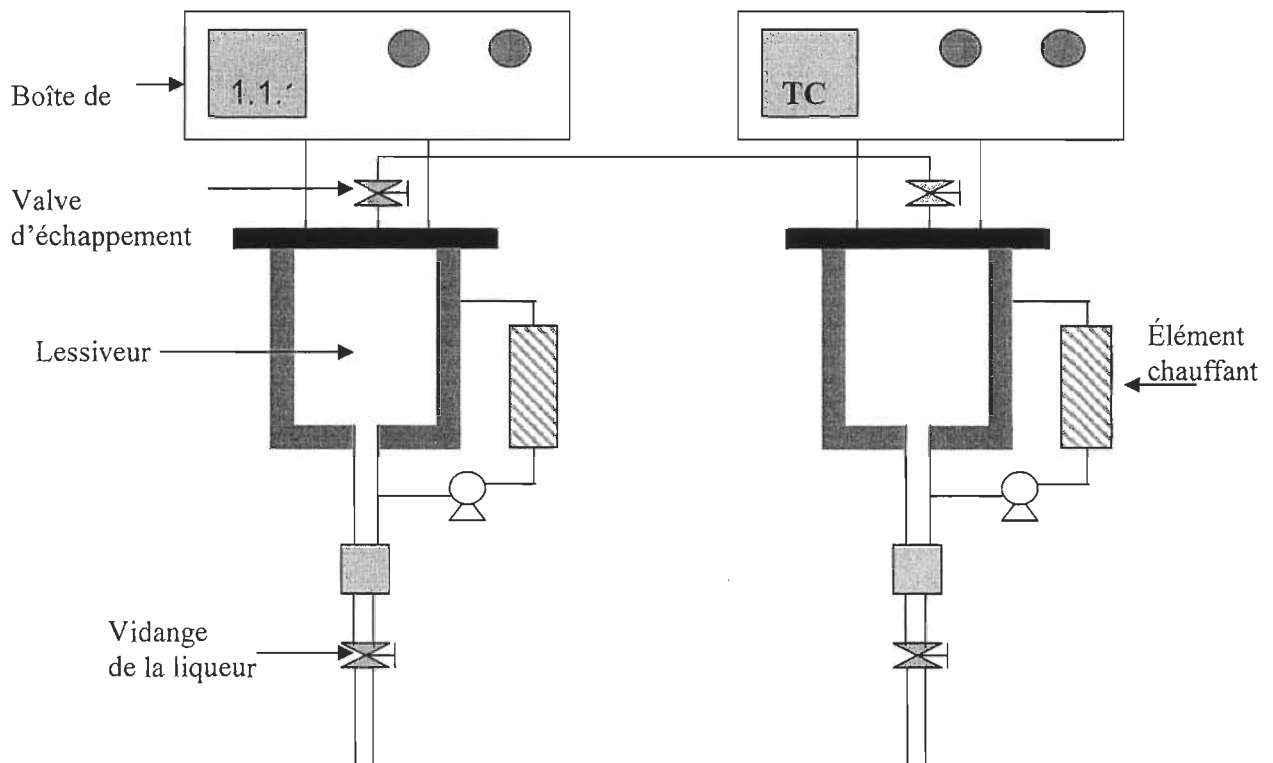


FIGURE 3.1 Schéma du lessiveur double de laboratoire (M/K system)

3.4 Préparation des pâtes

À la sortie du lessiveur, la défibration est effectuée à l'aide d'un mélangeur commercial de type Waring d'une capacité de 4 litres. La désintégration est faite à une consistance de 5% pendant 5 minutes. Les pâtes sont de nouveau lavées et ensuite épaissies à une consistance d'environ 15% à l'aide d'une laveuse commerciale, avant d'être entreposées au frais dans de petits sacs en plastique pour la suite des essais. Le contenu du petit panier est désintégré, filtré puis séché au four à 105°C pour le calcul du rendement.

CHAPITRE 4 - ESSAIS PRÉLIMINAIRES

4.1 Détermination de la longueur et de la masse linéique des fibres

Les fibres d'écorce et du noyau ont été macérées séparément dans une solution volume à volume, d'acide acétique (CH_3COOH) à 99,7% et de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) à 35%, à 70°C, pendant 4 heures pour éliminer complètement la lignine et obtenir des fibres individuelles. Une analyse optique (FQA OPTTEST) a permis de déterminer la longueur et la masse linéique des fibres. Les résultats sont résumés dans le tableau 4.1

TABLEAU 4.1 Longueurs et masses linéiques des fibres de l'écorce et du noyau

Fibres	Écorce	noyau
Masse linéique (mg/m)	0,202	0,129
Longueur des fibres pondérées en longueur (mm)	1,55	0,49
Longueur des fibres pondérées en poids (mm)	2,07	0,69
Matières fines pondérées en poids (%)	2,41	15,09

4.2 Conditions de mise en pâte

Quatre variables sont à l'étude pour cette mise en pâte: le temps de cuisson, la température de cuisson, les taux de sulfite de sodium (Na_2SO_3) et d'hydroxyde de sodium (NaOH). Pour optimiser la mise en pâte, trois niveaux ont été choisis pour chaque variable. Le choix des niveaux a été fait d'après les données de la littérature. Le tableau 4.2 montre le choix des variables et des niveaux.

TABLEAU 4.2 Choix des variables et des niveaux

VARIABLES	NIVEAUX	
Température (°C)	150	170
Temps (min)	30	90
NaOH (%)	5	15
Na ₂ SO ₃ (%)	10	20

Avant de choisir un plan expérimental, le comportement de chaque composante du kenaf a été observé aux deux niveaux extrêmes de température et de temps de cuisson (150°C, 30 minutes) et (170°C, 90 minutes). Dans le but de vérifier l'effet de la variation du taux de NaOH sur les propriétés, les trois niveaux de NaOH (5%, 10%, 15%) ont été utilisés pour réaliser les cuissons. Le taux de Na₂SO₃ est fixé à 20%. Un rapport liqueur/kenaf de 6/1 a été choisi pour les cuissons du noyau. Pour l'écorce, un rapport liqueur/kenaf de 10/1 est nécessaire pour avoir une bonne imprégnation et une bonne circulation de la liqueur car son volume massique est élevé (25 cm³/g contre 14 cm³/g pour le noyau). Les concentrations de sulfite étaient de 20,4g/l pour l'écorce et de 34,3g/l pour le noyau. Les concentrations de NaOH sont présentées au tableau 4.3. Le pH initial des liqueurs de cuisson était de 11,5.

TABLEAU 4.3 Concentration des liqueurs de cuisson

	Concentrations (g/l)	
NaOH (%)	Écorce	Noyau
5	5,2	8,7
10	10,5	17,4
15	15,6	26,1

Le cycle de cuisson (figure 4.1) comprend un temps de montée de 60 minutes jusqu'à la température maximale (150°C ou 170°C). Cette température est maintenue constante pendant 30 et 90 minutes qui représentent les durées des cuissons.

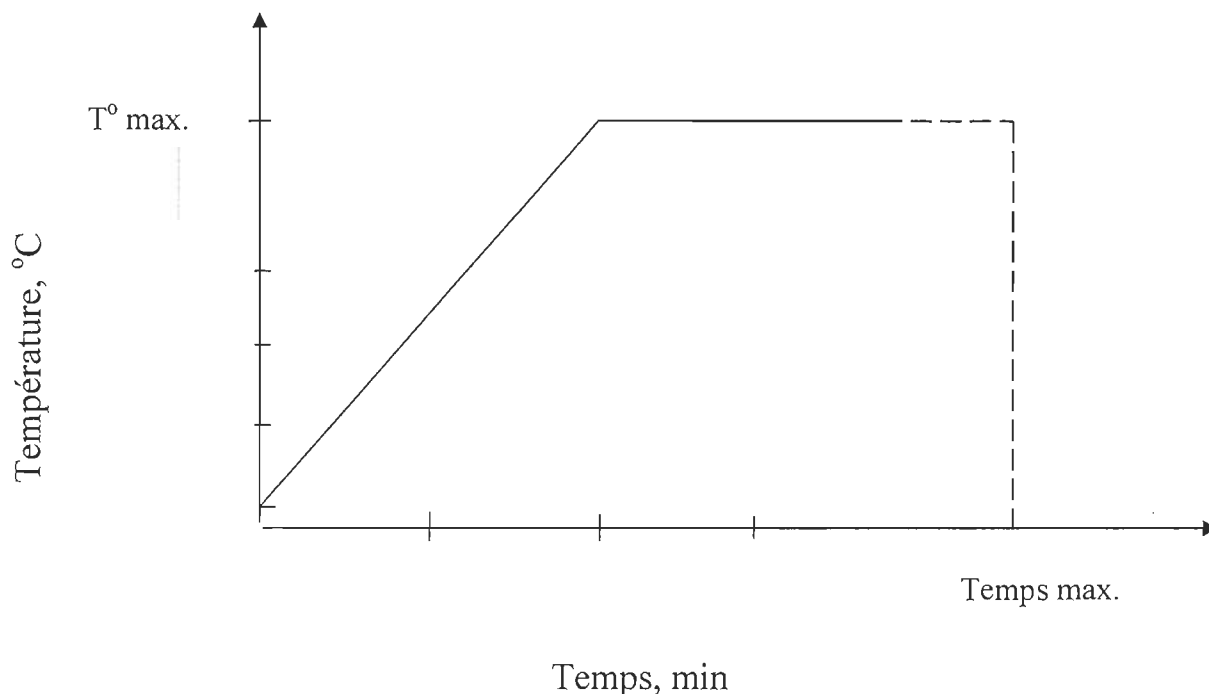


FIGURE 4.1 Schéma du cycle des cuissons

4.3 Caractérisation des pâtes et des papiers

Pour chaque échantillon de pâte, la viscosité et l'indice kappa ont été mesurés. Les méthodes utilisées sont présentées au tableau 4.4. Les taux de sulfonation et de carboxylation ont été déterminés par titrage conductimétrique (32). Les pâtes ont été ensuite raffinées à l'aide d'une pile PFI afin d'obtenir trois niveaux d'indice d'égouttage. Les analyses des propriétés physiques et optiques sont faites selon les méthodes d'essai normalisées de l'Association technique des Pâtes et Papiers du Canada (A.T.P.P.C) (tableau 4.4). Les propriétés sont obtenues par interpolation à 100 ml d'indice d'égouttage. Les résultats de toutes les analyses effectuées ont été présentés à l'annexe 1.

TABLEAU 4.4 Les méthodes d'essai normalisées

ESSAIS	NORMES
Masse sèche à l'air de la pâte de bois	A.2
Indice d'égouttage	C.1
Raffinage de la pâte en laboratoire (méthode de la pile PFI)	C.7
Fabrication des feuilles	C.4
Désintégration de la pâte	C.10
Grammage du papier et des cartons	D.3
Épaisseur et masse volumique apparente des papiers et cartons	D.4
Résistance à la rupture par traction des papiers et carton	D.6H
Résistance à l'éclatement du papier	D.8
Résistance au déchirement du papier, du carton et des formettes	D.9
Concentration de la pâte	D.16
Blancheur des pâtes, papiers et cartons (ISO)	E.1
Opacité du papier (ISO)	E.2
Chlorite delignification of cellulosic material	G.10U
Indice kappa des pâtes	G.18
Viscosité de la pâte par la méthode au cupriéthylènediamine	G24.P

4.4 Résultats et discussions

4.4.1 Rendement

Le rendement baisse avec l'augmentation du taux de soude pour les deux niveaux de température et de temps de cuisson (figure 4.2). L'augmentation de l'alcalinité provoque

une dissolution de la lignine et des pertes d'hydrates de carbone. Les rendements sont plus élevés et donc la dissolution de la lignine et les pertes d'hydrates de carbone sont moins importantes pour les cuissons réalisées à des température et temps de cuisson plus bas (150°C et 30 minutes) comparativement à 170°C et 90 minutes. Le rendement est plus bas pour le noyau car son contenu en cellulose initial est plus bas et les concentrations des liqueurs de cuisson sont plus élevées.

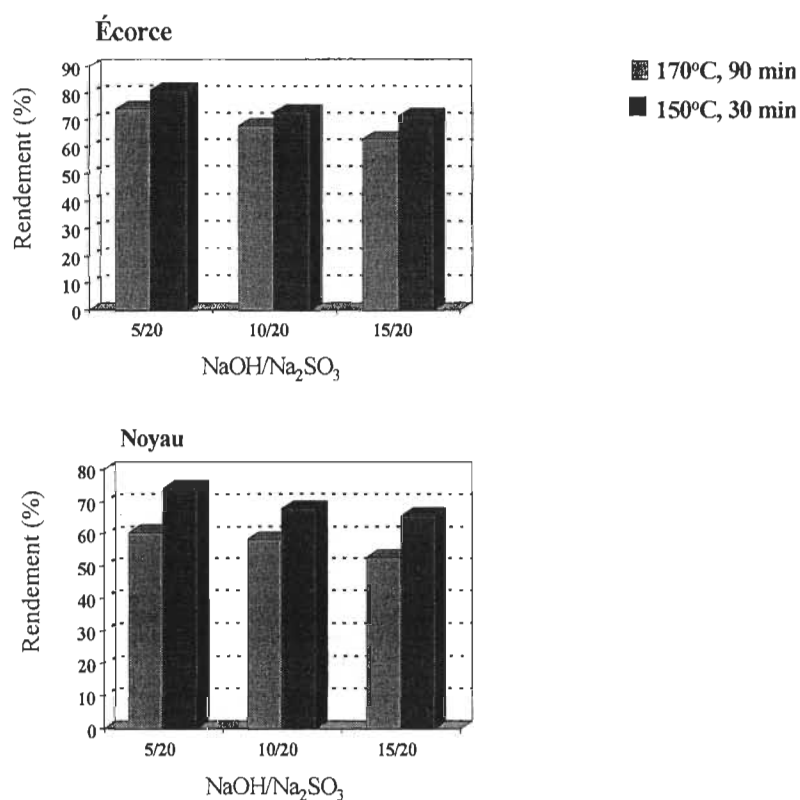


FIGURE 4.2 Effet des variables à l'étude sur le rendement

4.4.2 Viscosité

La figure 4.3 représente les variations de la viscosité. La viscosité donne une indication sur le taux de dégradation des hydrates de carbone après une cuisson. Pour l'écorce, la viscosité baisse avec l'augmentation du taux de soude mais aussi avec l'augmentation de la température et du temps de cuisson. Cette baisse de la viscosité avec le taux de soude est cependant très peu significative à 150°C et 30 minutes. Cette baisse est de 8% seulement quand le taux de soude passe de 5 à 10% et de 20% quand le taux de soude passe de 10 à 15%. La baisse de la viscosité est importante à 170°C et 90 minutes et montre qu'il y a eu des pertes importantes d'hydrates de carbone et peut être un affaiblissement des fibres. Pour le noyau, la baisse de la viscosité consécutive à une augmentation du taux de soude est très nette à 170°C et 90 minutes. Par contre à 150°C et 30 minutes, l'augmentation du taux de soude ne semble pas affecter la viscosité des fibres du noyau.

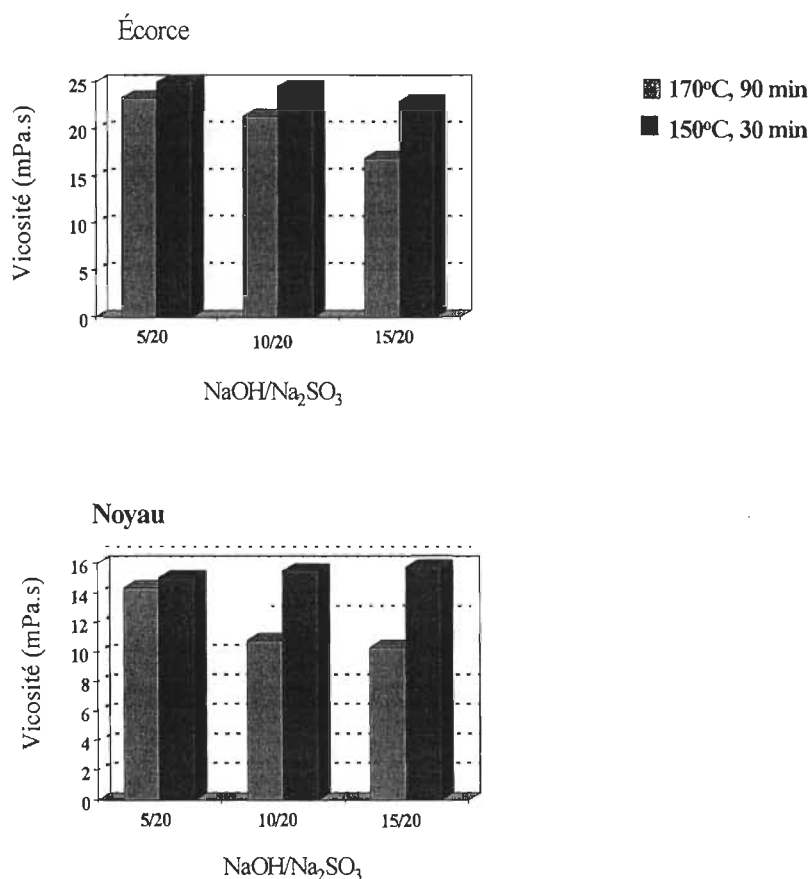


FIGURE 4.3 Effet des variables à l'étude sur la viscosité

4.4.3 Indice Kappa

L'indice Kappa donne une indication sur le taux de délignification de la pâte. Pour le noyau et à 150°C et 30 minutes, il augmente légèrement avec l'augmentation du taux de soude, alors qu'il reste presque constant pour l'écorce (figure 4.4). À 170°C et 90 minutes, on note une augmentation de l'indice Kappa. Une cause possible de ce phénomène est une condensation de la lignine qui intervient généralement durant les cuissons alcalines, surtout à des températures élevées. L'indice Kappa est cependant plus élevé pour le noyau car son contenu en lignine initial est plus élevé.

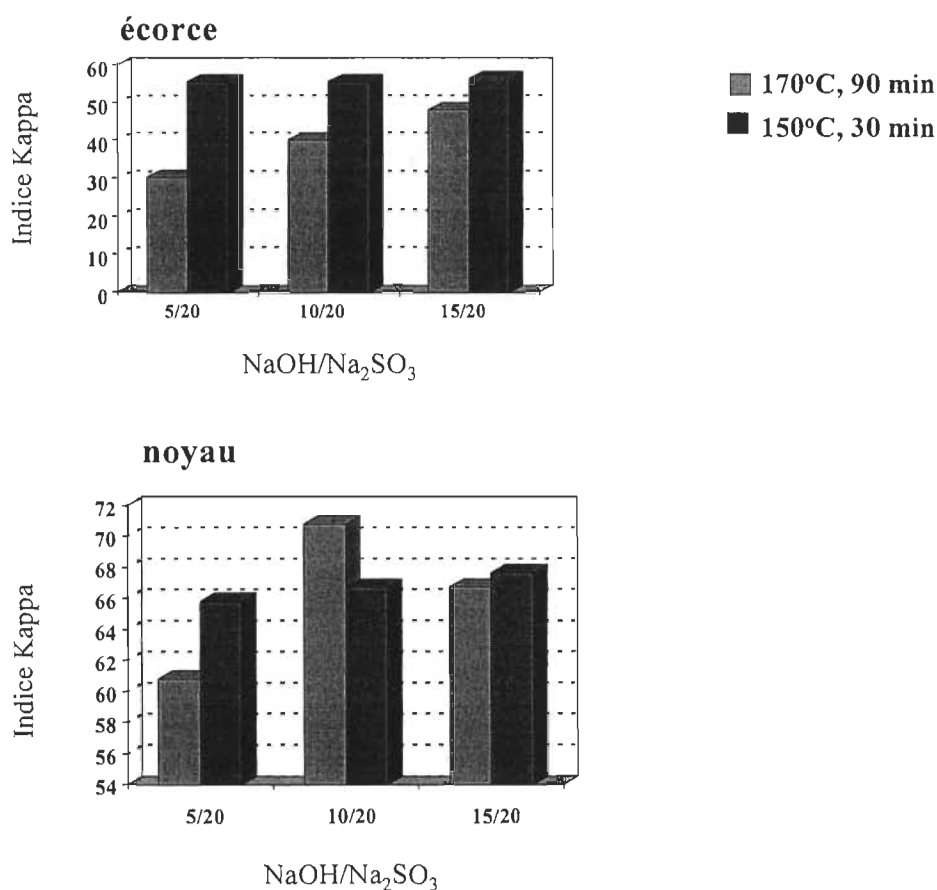


FIGURE 4.4 Effet des variables à l'étude sur l'indice Kappa

4.4.4 Groupements Sulfoniques

Pour le noyau comme pour l'écorce, on note une baisse non significative du taux de sulfonation avec l'augmentation de l'alcalinité pour les deux niveaux de température et de temps de cuisson (figure 4.5). Cette baisse est cependant plus importante pour le noyau. En milieu alcalin fort, les réactions d'hydrolyse sont plus importantes que les réactions de sulfonation. La lignine est en grande partie dissoute. Pour l'écorce, le taux de sulfonation est en général plus élevé à 170°C et 90 minutes car le traitement à température élevée augmente le taux de réaction et favorise d'avantage la formation de groupes d'acides sulfoniques dans le réseau ramifié de la lignine. Pour le noyau, le taux d'ions sulfoniques est plus élevé à 150°C et 30 minutes; à 170°C, la dissolution de la lignine l'emporte sur la sulfonation à cause des concentrations de soude plus élevées que dans le cas de l'écorce. Le phénomène de condensation discuté précédemment a aussi un impact sur la sulfonation puisque la lignine demeure sur la fibre, donc peut être sulfonée.

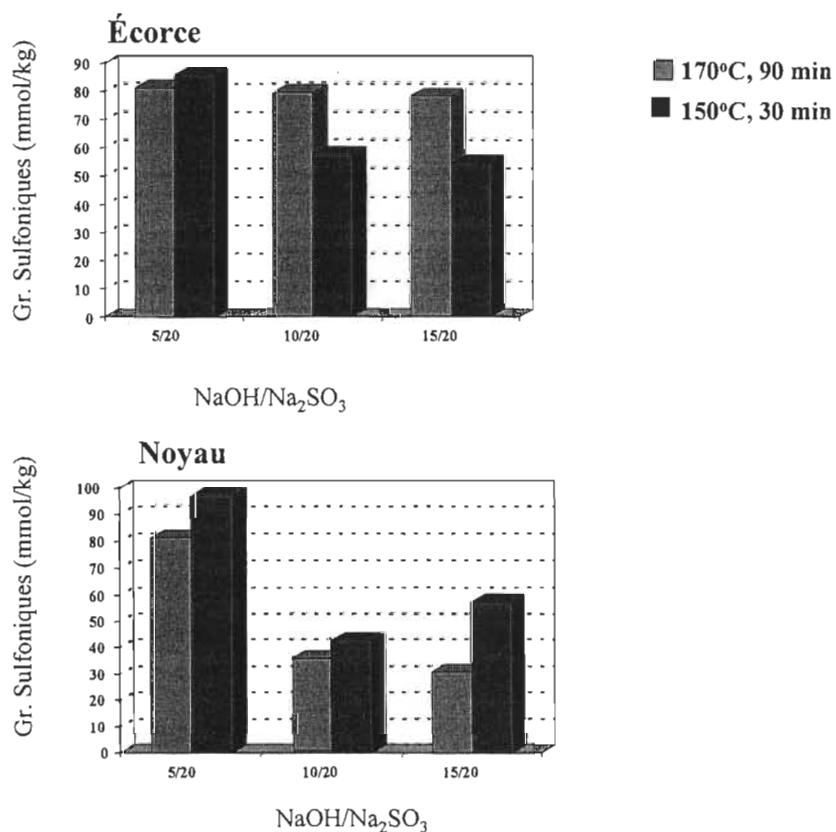


FIGURE 4.5 Effet des variables à l'étude sur le taux de sulfonation

4.4.5 Groupements Carboxyles

La formation de groupes carboxyles est due à l'hydrolyse alcaline d'esters carboxyliques présents dans les hémicelluloses. Les solutions de sulfite provoquent aussi l'hydrolyse des groupes esters et lactone en ions carboxyles (19). Pour l'écorce comme pour le noyau, la teneur en carboxyles baisse en général avec l'augmentation du taux de soude (figure 4.6): l'augmentation de l'alcalinité favorise la dissolution des hémicelluloses. Mais le traitement à 170°C et 90 minutes est légèrement plus favorable à la formation de carboxyles que celui à 150°C et 30 minutes parce qu'à 170°C, le taux de réaction est favorisé par un taux de diffusion de la liqueur de cuisson plus important.

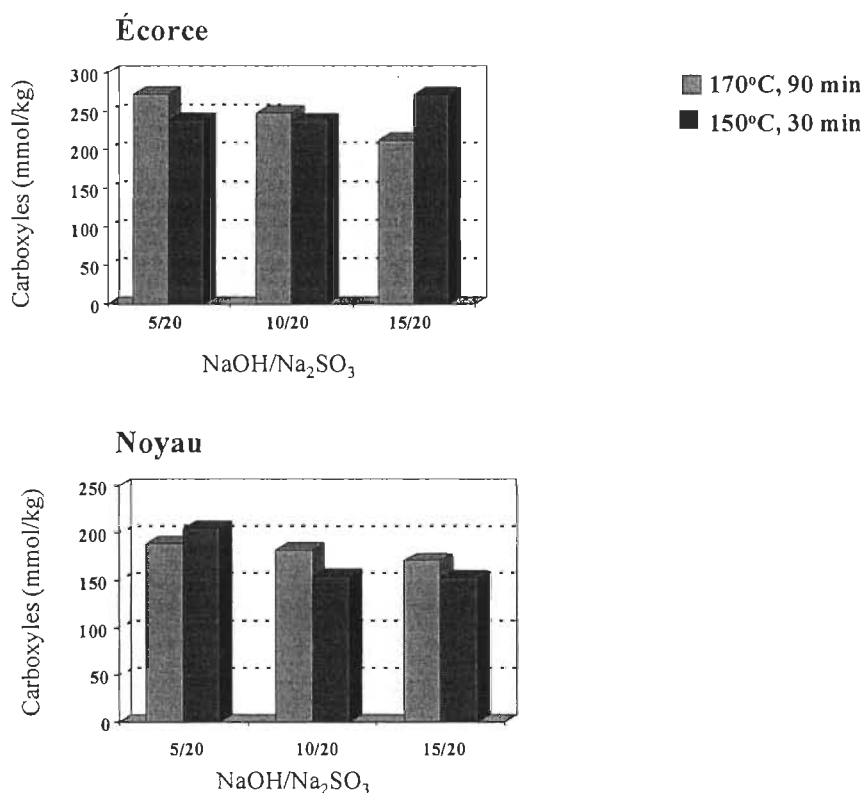


FIGURE 4.6 Effet des variables à l'étude sur le taux de carboxyles

4.4.6 Longueur de rupture

La longueur de rupture dépend essentiellement de la force intrinsèque des fibres et de la force de liens inter-fibres. On note généralement une baisse de la longueur de rupture quand le taux de soude augmente, aussi bien pour l'écorce que pour le noyau (figure 4.7). La baisse est cependant plus importante pour le noyau. Cette baisse est probablement due à un affaiblissement des fibres par une action alcaline forte. Des phénomènes de condensation ont pu également affecter la qualité des pâtes et donc des papiers comme semblent l'indiquer les résultats obtenus pour l'indice Kappa. La longueur de rupture est cependant plus élevée pour l'écorce surtout à 150°C, 30 minutes: les effets de gonflement et de fibrillation qui sont très favorables à cette propriété profiteront plus aux fibres longues de l'écorce. L'énergie de tension absorbée (ETA) et l'indice d'éclatement (Annexe 1) varient dans le même sens.

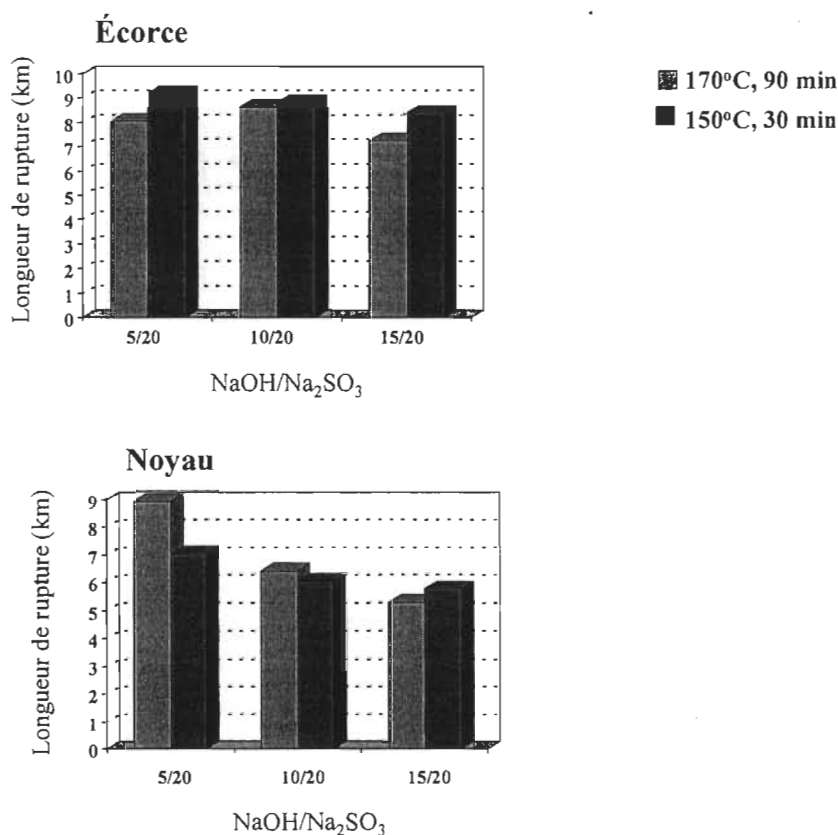


FIGURE 4.7 Variations de la longueur de rupture à 100 ml d'indice d'égouttage

4.4.7 Indice de déchirure

À 170°C et 90 minutes, l'indice de déchirure augmente sensiblement quand le taux de soude passe de 5 à 10% aussi bien pour l'écorce que pour le noyau (figure 4.8). Elle baisse ensuite quand le taux de soude passe de 10 à 15%, avec une baisse plus marquée pour le noyau. L'indice de déchirure est plus élevé à 170°C et 90 minutes. La température élevée semble plus favorable à une bonne séparation des fibres. L'indice de déchirure est plus élevé pour l'écorce parce que les fibres sont plus longues. Les fibres longues distribuent les contraintes dans le réseau fibreux et augmentent la résistance à la déchirure. À 150°C et 30 minutes, l'indice de déchirure augmente régulièrement quand le taux de soude passe de 5 à 15% et ceci pour l'écorce et pour le noyau.

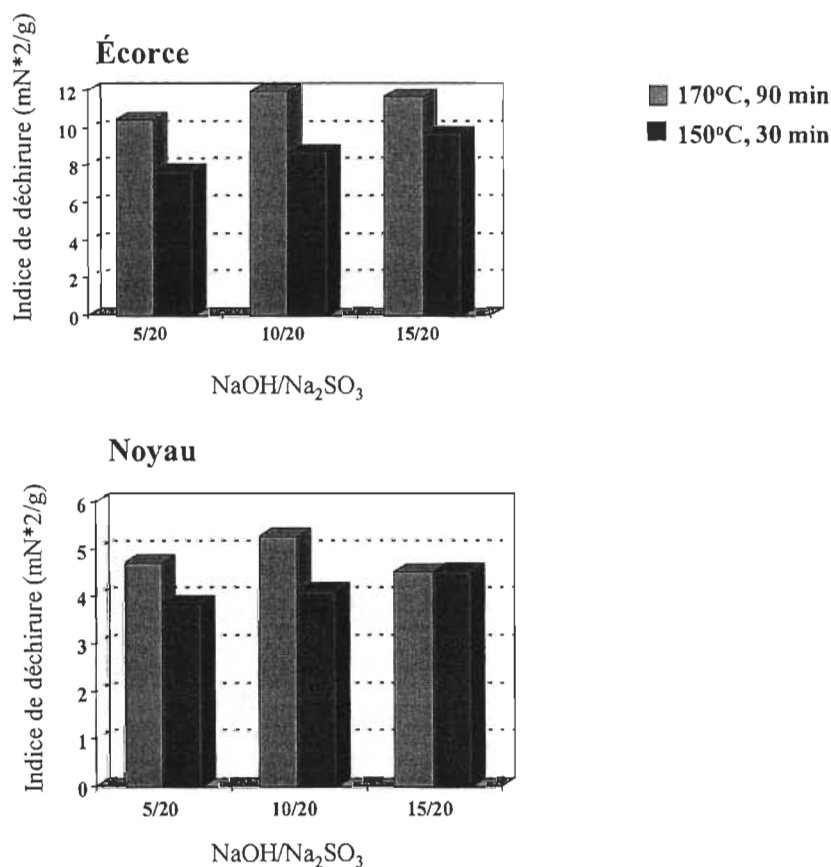


FIGURE 4.8 Variations de l'indice de déchirure à 100 ml d'indice d'égouttage

4.4.8 Blancheur

La blancheur baisse naturellement avec l'augmentation du taux de soude aussi bien pour l'écorce que pour le noyau et pour les deux niveaux de température et de temps de traitement (figure 4.9). On constate ainsi l'effet néfaste de la soude sur la blancheur surtout à 170°C et 90 minutes. En effet, en présence d'ions OH^- , la lignine réagit pour former des groupements quinoniques qui contribuent à la coloration des pâtes (31). La blancheur est moins élevée pour le noyau car son taux de lignine initial est plus élevé et les concentrations de soude sont plus élevées.

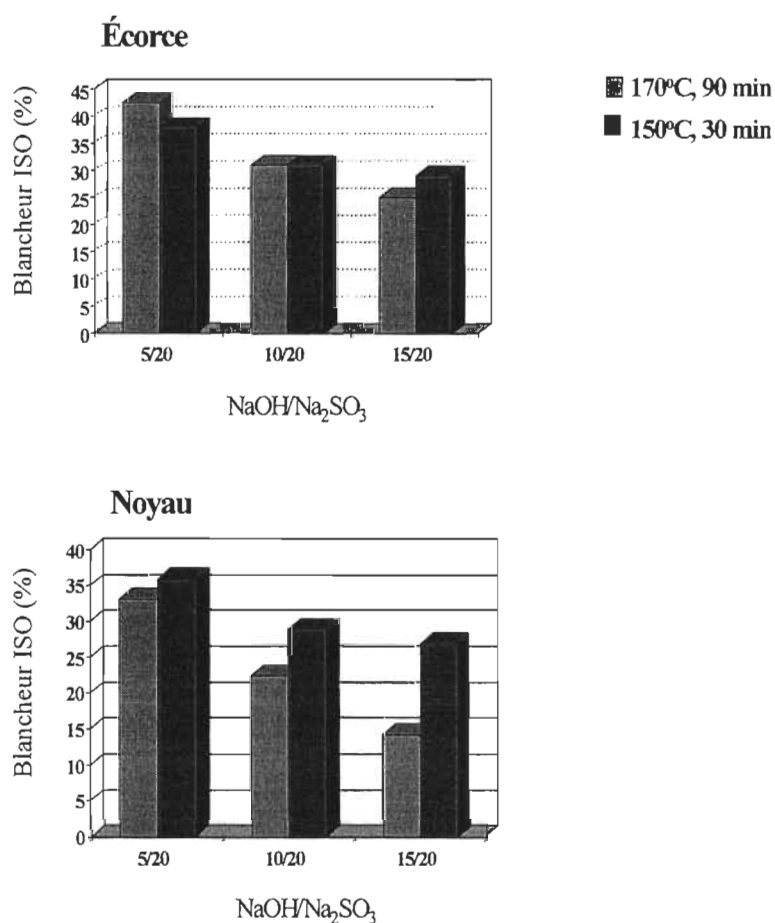


FIGURE 4.9 Effet des variables à l'étude sur la blancheur à 100 ml d'indice d'égouttage

4.4.9 Coefficient de diffusion de la lumière

Le coefficient de diffusion de la lumière dépend en grande partie de la structure du papier. Il mesure la surface non liée à l'intérieur d'une feuille de papier puisque la diffusion de la lumière se produit à l'interface air-fibre (33). L'augmentation des liens interfibrés décroît donc la diffusion de la lumière. Un coefficient de diffusion élevé peut également être attribué à la coloration sombre de la pâte surtout dans le cas du papier journal (33). L'augmentation du taux de soude de 5 à 15 % provoque une augmentation du coefficient de diffusion de la lumière pour l'écorce et pour le noyau aux deux niveaux de température et de temps de cuisson (figure 4.10), sauf pour le noyau à 170°C. Les résultats obtenus pour l'indice Kappa et la longueur de rupture semblent indiquer une faiblesse de la qualité de la pâte et donc des liens interfibrés de la feuille. La coloration des pâtes par l'action de la soude a pu également contribuer à augmenter le coefficient de diffusion comme l'indiquent les résultats sur la blancheur

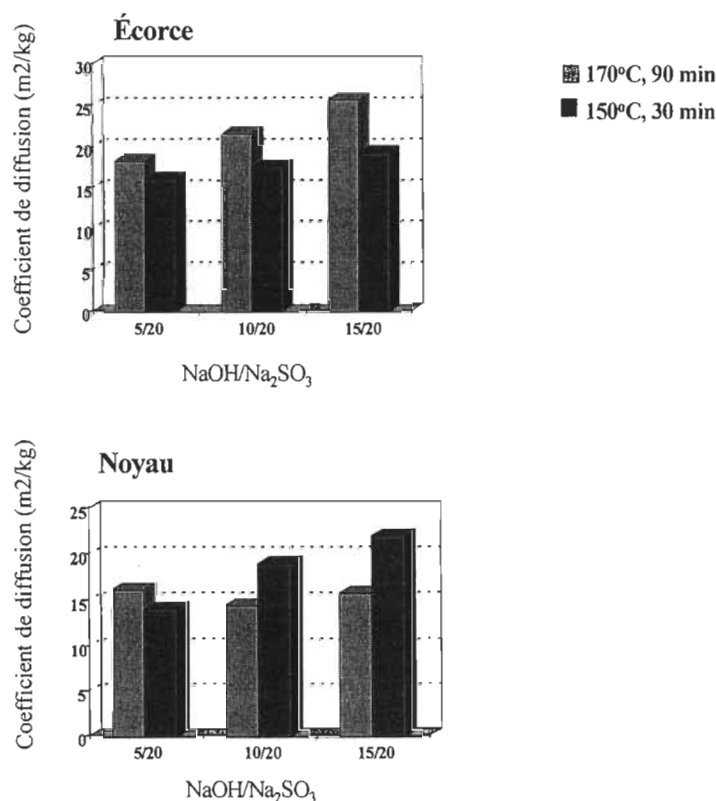


FIGURE 4.10 Effet des variables à l'étude sur le coefficient de diffusion de la lumière à 100 ml d'indice d'égouttage.

4.4.10 Coefficient d'absorption de la lumière

Le coefficient d'absorption mesure les constituants qui absorbent la lumière. Elle est influencée par la nature chimique des constituants de la feuille, notamment la lignine (33). La lignine présente absorbe presque toute la lumière. D'après Casey (33), il existe une relation linéaire entre le coefficient d'absorption et le contenu en lignine de la feuille, au delà de 1,85% de lignine. Le coefficient d'absorption est également influencé par la qualité des liens interfibres, mais à un degré beaucoup moindre (33). L'augmentation du taux de soude de 5 à 15 % provoque une augmentation du coefficient d'absorption de la lumière pour l'écorce et pour le noyau aux deux niveaux de température et de temps de cuisson (figure 4.11). Les résultats obtenus pour l'indice Kappa indiquent une augmentation de lignine résiduelle dans la pâte avec une augmentation du taux de soude de 5 à 15 %, ce qui pourrait expliquer en grande partie cette augmentation du coefficient d'absorption. Le coefficient d'absorption est normalement d'autant plus élevée que la température et le temps de cuisson sont élevés.

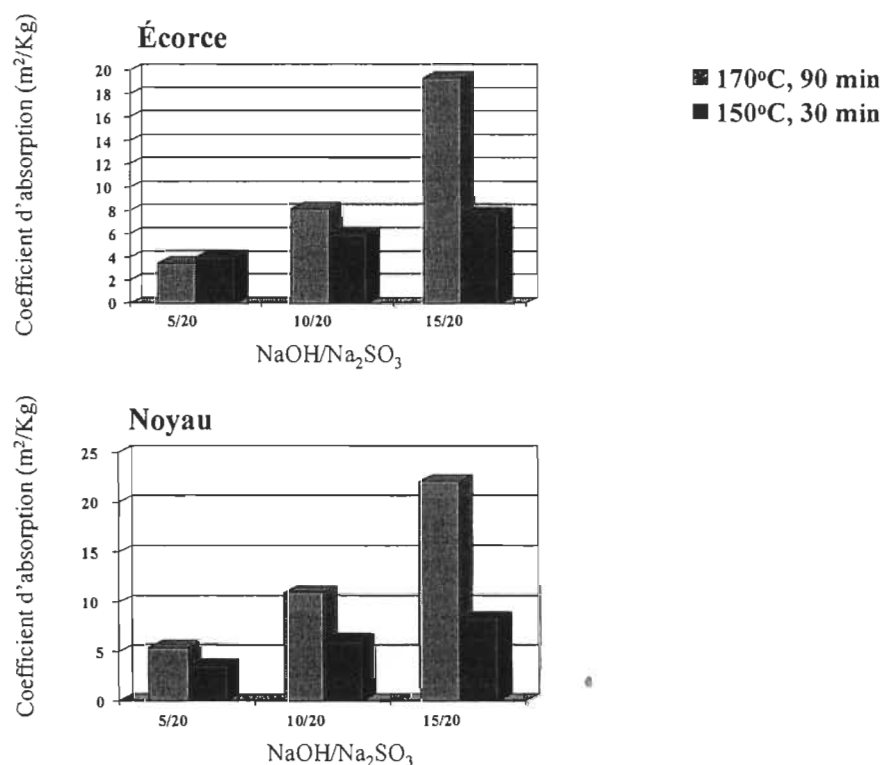


FIGURE 4.11 Effet des variables à l'étude sur le coefficient d'absorption à 100 ml d'indice d'égouttage.

4.5 Conclusions pour les essais préliminaires

Comme on pouvait s'y attendre, la baisse de rendement consécutive à une augmentation de l'alcalinité est plus importante à 170°C et 90 minutes, pour les deux constituants du kenaf. Les rendements sont cependant plus faibles pour le noyau car son contenu en cellulose initial est plus bas et sa teneur en lignine plus élevée.

Pour l'écorce comme pour le noyau, à 170°C et 90 minutes, une augmentation de NaOH de 5 à 15% provoque une baisse importante de la viscosité, ce qui indique qu'il y a eu des pertes importantes d'hydrates de carbone et peut être un affaiblissement des fibres. À 150°C et 30 minutes, l'augmentation de l'alcalinité ne semble pas beaucoup affecter la qualité des fibres. La viscosité est plus élevée pour l'écorce quelque soit les conditions de traitement à cause notamment de son contenu en cellulose initial plus élevé.

On a noté en général une augmentation de l'indice Kappa quand le taux de NaOH augmente, ce qui est probablement dû à une condensation de la lignine. L'indice Kappa est généralement plus élevé pour le noyau à cause de son taux de lignine initial plus élevé.

L'augmentation de NaOH de 5 à 15% a provoqué une baisse importante des ions sulfoniques et carboxyles, pour les deux niveaux de température et de temps de traitement. Mais le traitement à 170°C et 90 minutes semble légèrement plus favorable à la formation d'ions sulfoniques et carboxyles que celui à 150°C et 30 minutes. Une explication possible est qu'à 170°C, le taux de réaction est favorisé par un taux de diffusion de la liqueur de cuisson plus important. Les teneurs en ions sulfoniques et de carboxyles sont plus élevés pour l'écorce.

Pour l'écorce comme pour le noyau, l'augmentation du taux de soude de 5 à 15% a généralement un effet néfaste sur la longueur de rupture surtout à 170°C et 90 minutes. L'affaiblissement des fibres par une action alcaline forte et des phénomènes de condensation ont pu affecter cette propriété.

Les traitements sont assez favorables à la déchirure entre 5 et 10 % de NaOH. Elle augmente sensiblement avec l'alcalinité et les meilleurs résultats sont obtenus à 170°C et 90 minutes. L'indice de déchirure est à l'avantage de l'écorce car ses fibres sont plus longues.

On a également noté l'effet néfaste de la soude sur la blancheur pour chacun des constituants et pour les deux niveaux de température et de temps de cuisson. Cette baisse est plus marquée à 170°C et 90 minutes.

Le coefficient de diffusion de la lumière augmente quand le taux de soude augmente pour les deux niveaux de température et de temps de cuisson dans le cas de l'écorce et à 150°C seulement dans le cas du noyau. Une faiblesse des liens interfibres pourrait être en grande partie responsable de ce phénomène.

Le coefficient d'absorption de la lumière augmente également pour l'écorce et pour le noyau quand le taux de soude passe de 5 à 15 %, et aux deux niveaux de température et de temps de cuisson. La présence de lignine résiduelle dans la pâte pourrait expliquer en grande partie cette augmentation du coefficient d'absorption de la lumière.

CHAPITRE 5 – EFFETS DES VARIABLES LORS DE LA MISE EN PÂTE AU SULFITE ALCALIN DU KENAF

Comme souligné précédemment, l'augmentation du NaOH de 5 à 15% provoque une baisse importante des propriétés mécaniques à l'exception de la déchirure, pour les deux niveaux de température et de temps de traitement. Il a été donc décidé de diminuer le taux de soude pour la suite des essais. D'autres essais sont réalisés pour observer le taux de soude à partir duquel les propriétés mécaniques commencent à baisser. Les cuissons sont réalisées à une température de 170°C et la durée des cuissons est de 90 minutes. Les propriétés mécaniques obtenues sont présentées à 100 ml d'indice d'égouttage. Le taux de sulfite de sodium est fixé à 20%. Les résultats sont résumés aux tableaux 5.1 et 5.2, pour l'écorce et pour le noyau respectivement.

**TABLEAU 5.1 Propriétés des pâtes et papiers de l'écorce interpolées à
100 ml d'indice d'égouttage**

Code	B1	B2	B3	B4
NaOH (%)	5	7	8	10
Na ₂ SO ₃ (%)	20	20	20	20
Rendement (%)	74	72,7	69,3	68
Indice d'égouttage (ml)	100	100	100	100
Densité (g/cm ³)	0,63	0,66	0,65	0,66
Longueur de rupture (km)	8,02	8,71	9,28	8,63
Allongement (%)	3,93	4,30	5,23	4,73
ETA (g/cm)	134,42	160,08	199,57	171,61
Ind. d'éclatement (kPa*m ² /g)	8,13	8,19	8,00	7,39
Ind. déchirure (mN*m ² /g)	10,44	10,75	11,80	11,94

TABLEAU 5.2 Propriétés des pâtes et papiers du noyau interpolées à 100 ml d'indice d'égouttage

Code	C1	C2	C3	C4
%NaOH	4	5	6	8
%Na ₂ SO ₃	20	20	20	20
Rendement (%)	61,2	59,4	59,8	59,2
Indice d'égouttage (ml)	100	100	100	100
Densité (g/cm ³)	0,64	0,58	0,61	0,60
Longueur de rupture (km)	8,02	8,91	7,91	6,77
Allongement (%)	1,67	1,87	1,60	1,49
ETA (g/cm)	52,71	65,51	49,40	40,15
Ind. d'éclatement (kPa*m ² /g)	4,47	4,46	3,97	3,10
Ind. déchirure (mN*m ² /g)	4,66	4,69	4,39	4,52

D'après ces résultats, la baisse des propriétés mécaniques à l'exception de la déchirure intervient après 8% de taux de soude pour l'écorce et 5% pour le noyau. Pour la suite des essais, les taux de soude sont donc limités à 9% pour l'écorce et à 5% pour le noyau. Dans cette partie de l'étude quatre variables sont manipulées : la température de cuisson, le temps de cuisson, les taux de soude et de sulfite de sodium.

Les essais préliminaires ont montré que le traitement à 170°C et 90 minutes est généralement plus favorable à l'indice de déchirure et à la formation de groupements sulfoniques et de carboxyles que celui à 150°C et 30 minutes. Ce niveau de température et de temps de cuisson (170°C et 90 minutes) sera donc maintenu comme maximum possible pour la deuxième partie des essais. Les résultats obtenus pour la longueur de rupture et la viscosité indiquent que des températures et des temps de cuisson plus bas sont nécessaires pour minimiser les pertes d'hydrates de carbone. Il semble en plus que la soude agit

mieux vers les températures basses (100-140°C) car les effets de gonflement sont plus accentués (17). L'action protectrice de la blancheur du Na_2SO_3 est, semble-t-il, plus efficace à des températures basses. Il devient donc nécessaire d'élargir nos gammes de température en allant chercher des températures plus basses que 150°C.

5.1 Plan expérimental

Un plan expérimental central composite (CCD) a été choisi comme étant le plus approprié car il permet d'explorer plusieurs niveaux en un nombre raisonnable d'essais. Le niveau de chaque variable est fixé à 5. La température varie de 130 à 170°C, le temps de cuisson varie de 20 à 100 minutes et le taux de sulfite, de 5 à 21%. Pour l'écorce, le taux de soude varie de 5 à 9% et pour le noyau, de 1 à 5%. Les tableaux 5.3 et 5.4 résument le choix des niveaux pour chacune des variables, pour l'écorce et le noyau.

TABLEAU 5.3 **Choix des niveaux des variables du plan expérimental pour l'écorce**

Températures de cuisson (°C)	Temps de cuisson (min)	NaOH (%)	Na_2SO_3 (%)
130	20	5	5
140	40	6	9
150	60	7	13
160	80	8	17
170	100	9	21

TABLEAU 5.4 **Choix des niveaux des variables du plan expérimental pour le noyau**

Température de cuisson (°C)	Temps de cuisson (min)	NaOH (%)	Na ₂ SO ₃ (%)
130	20	1	5
140	40	2	9
150	60	3	13
160	80	4	17
170	100	5	21

Le choix d'un plan expérimental est une approche scientifique qui permet au chercheur de mieux comprendre un procédé afin de déterminer l'effet des variables d'entrée sur les réponses. Le but du plan expérimental est de développer un modèle mathématique simple qui permet de déterminer la relation existant entre les paramètres mesurés et les variables d'entrée, mais aussi d'identifier les facteurs critiques de façon à pouvoir les optimiser.

Un plan central composite permet d'établir un modèle de second ordre. Il comprend :

- Une partie factorielle contenant un nombre 2^K de points dont les niveaux sont codés -1 et $+1$, K étant le nombre de variables.
- Une partie axiale contenant un nombre $2k$ de points situés à une distance α du centre,
- Un nombre n_0 de points centraux.

Ces valeurs sont choisies pour produire un plan rotatoire; dans ce cas, la réponse prédite peut être estimée de façon isovariante, quelque soit la direction par rapport au centre du plan. Le plan est rotatoire si $\alpha = (F)^{1/4}$ où F est le nombre de points de la partie factorielle du plan. Le nombre n_0 de points centraux sert à estimer l'erreur expérimentale et à

maintenir l'orthogonalité du plan. L'orthogonalité du plan permet d'évaluer l'effet de chaque variable indépendamment des autres.

Pour un plan orthogonal, $n_0 = 4(\sqrt{F+1}) - 2k$. Un plan central composite est rotatoire et de précision uniforme lorsque $n_0 = \lambda_4(\sqrt{F} + 2)^2 - F - 2k$, avec $\lambda_4 = 0,8704$. Pour cette étude où $K = 4$, la partie factorielle comprend 16 points codés -1 et $+1$, 8 points axiaux situés à une distance $\alpha = 2$ du centre et 7 points centraux. Le tableau 5.5 résume les niveaux des variables pour les cuissons de l'écorce et du noyau et le code associé à chacun des niveaux.

TABLEAU 5.5 **Choix des niveaux des variables du plan expérimental pour l'écorce et le noyau**

Température de cuisson (°C)	Temps de cuisson (min)	NaOH (%)		Na ₂ SO ₃ (%)	Code
		Écorce	Noyau		
130	20	5	1	5	$-\alpha$
140	40	6	2	9	-1
150	60	7	3	13	0
160	80	8	4	17	$+1$
170	100	9	5	21	$+\alpha$

Le nombre total de points nécessaires pour réaliser ce plan est $N = F + 2K + n_0$, ce qui représente 31 essais pour chacun des constituants du kenaf. Pour estimer l'erreur expérimentale, 4 points centraux ont été jugés suffisants en comparant la lourdeur des travaux à effectuer et les bénéfices associés à l'ajout de points supplémentaires. Le point central est donc répété trois fois, ce qui ramène le nombre d'essais à 28. Les tableaux 5.6 et 5.7 indiquent le nombre de points expérimentaux pour l'écorce et pour le noyau respectivement.

TABLEAU 5.6 Points expérimentaux pour l'écorce

Essais	Températures de cuisson (°C)	Temps de cuisson (min)	NaOH (%)	Na ₂ SO ₃ (%)
1	140	40	6	9
2	160	80	8	17
3	140	40	6	17
4	140	40	8	17
5	140	80	8	17
6	160	80	8	9
7	160	80	6	9
8	160	40	6	9
9	140	80	6	9
10	140	80	8	9
11	160	40	8	17
12	140	40	8	9
13	160	40	8	9
14	160	80	6	17
15	160	40	6	17
16	140	80	6	17
17	150	60	7	5
18	150	60	5	13
19	150	100	7	13
20	170	60	7	13
21	150	60	9	13
22	150	60	7	21
23	150	20	7	13
24	130	60	7	13
25	150	60	7	13
26	150	60	7	13
27	150	60	7	13
28	150	60	7	13

TABLEAU 5.7 Points expérimentaux pour le noyau

Essais	Températures de cuisson (°C)	Temps de cuisson (min)	NaOH (%)	Na ₂ SO ₃ (%)
1	140	40	2	9
2	160	80	4	17
3	140	40	2	17
4	140	40	4	17
5	140	80	4	17
6	160	80	4	9
7	160	80	2	9
8	160	40	2	9
9	140	80	2	9
10	140	80	4	9
11	160	40	4	17
12	140	40	4	9
13	160	40	4	9
14	160	80	2	17
15	160	40	2	17
16	140	80	2	17
17	150	60	3	5
18	150	60	1	13
19	150	100	3	13
20	170	60	3	13
21	150	60	5	13
22	150	60	3	21
23	150	20	3	13
24	130	60	3	13
25	150	60	3	13
26	150	60	3	13
27	150	60	3	13
28	150	60	3	13

5.2 Résultats et discussions

5.2.1 Analyse statistique

L'analyse statistique a été réalisée avec le logiciel STATGRAPHICS pour Windows. Un modèle d'analyse de variance (ANOVA) pour le rendement est montré aux tableaux 5.8 et 5.9 pour l'écorce et pour le noyau respectivement.

SOMME DES CARRÉS : Pour déterminer si un modèle s'adapte aux données expérimentales, l'analyse de la variance évalue d'abord deux types d'erreurs: l'erreur due à la régression et l'erreur résiduelle. Elle exprime ensuite ces écarts sous forme de sommes des carrés: la somme des carrés des écarts dus à la régression (SCER) et la somme des carrés des résidus (SCR). L'écart dû à la régression est la différence entre la valeur prédite par l'équation de régression et la moyenne des valeurs expérimentales. L'erreur résiduelle comprend à la fois l'erreur expérimentale (erreur pure) et le manque d'ajustement du modèle. C'est la différence entre la valeur observée et la valeur prédite par la réponse.

MANQUE D'AJUSTEMENT : C'est l'erreur due au manque d'ajustement d'un modèle choisi. Il détermine si un modèle choisi s'adapte bien aux données expérimentales. Le manque d'ajustement d'un modèle est dû soit à l'omission de facteurs susceptibles d'affecter la réponse, soit à l'omission d'interactions d'ordre supérieur à celles déjà existantes dans le modèle et qui peuvent également affecter la réponse.

ERREUR PURE: L'erreur pure est obtenue en faisant pour certains points expérimentaux, au moins deux essais et en calculant l'écart entre les essais pour chacun des points. L'erreur pure est donc une erreur de manipulation ou d'appareils de mesure et ne dépend pas du modèle.

CARRÉ MOYEN: C'est la somme des carrés divisée par le nombre de degrés de liberté (D_L) associé à cette somme.

VALEUR DE F : Test de signification. Il s'agit de comparer cette valeur de F trouvée par l'ANOVA à la valeur critique $F_{\alpha, n-p, N-n}$ donnée dans la table de Fisher (34). α , $n-p$, $N-n$ étant respectivement le niveau de signification du test, et les nombres de degré de liberté (D_L) du manque d'ajustement du modèle et de l'erreur pure. n est le nombre de points expérimentaux, N est le nombre total d'essais réalisés, p est le nombre de termes du modèle ajusté. Si la valeur est supérieure à celle trouvée dans la table, on en conclut que le manque d'ajustement est trop important, ce qui signifie que le modèle n'est pas adapté. Alors, il faut choisir un autre modèle.

VALEUR DE P: C'est la probabilité associée à l'hypothèse posée.

R^2 : C'est le coefficient d'explication de la régression.

$$R^2 = \frac{SCER}{SCT}$$

SCT : Somme totale des carrés des écarts.

$$SCT = SCER + SCR$$

SCR : Somme des carrés des résidus, $SCR = SC_{EP} + SC_{MA}$

SC_{EP} : Somme des carrés de l'erreur pure.

SC_{MA} : Somme des carrés due au manque d'ajustement.

R_A^2 AJUSTÉ: Il représente le coefficient d'explication de la régression R^2 mais corrigé en utilisant le nombre de variables utilisées dans le modèle, ce qui le rend plus pertinent que le R^2

$$R_A^2 = 1 - (1 - R^2) \left(\frac{N-1}{N-p} \right)$$

N est le nombre d'essais réalisés

TABEAU 5.8 **Modèle d'analyse de la variance pour le rendement**
dans le cas de l'écorce

Source	Somme des carrés	D _L	Carré moyen	Valeur de F	Valeur de P
A: NaOH	31,2817	1	31,2817	26,22	0,0002
C: Température	140,167	1	140,167	117,50	0,0000
D: Temps	18,7267	1	18,7267	15,70	0,0016
Manque d'ajustement	5,4863	11	0,4987	0,42	0,9221
Erreur pure	15,5083	13	1,1929	-	-
Total	211,17	27	-	-	-

$$R^2 = 90,06\%$$

$$R^2 \text{ ajusté} = 88,81\%$$

$$\text{Erreur de l'estimé} = 0,9352$$

$$\text{Erreur moyenne} = 0,7023$$

TABEAU 5.9 **Modèle d'analyse de la variance pour le rendement**
dans le cas du noyau

Source	Somme des carrés	D _L	Carré moyen	Valeur de F	Valeur de P
A: Température	480,615	1	480,615	1076,00	0,0001
B: Temps	39,5267	1	39,5267	88,49	0,0025
C: NaOH	58,9067	1	58,9067	131,88	0,0014
D: Na ₂ SO ₃	63,375	1	63,375	141,88	0,0013
Manque d'ajustement	30,9538	20	1,5476	3,46	0,1669
Erreur pure	1,34	3	0,4466	-	-
Total	674,717	27	-	-	-

$$R^2 = 95,21\%$$

$$R^2 \text{ ajusté} = 94,38\%$$

$$\text{Erreur de l'estimé} = 1,1849$$

$$\text{Erreur moyenne} = 0,7432$$

Dans le cas du rendement (tableaux 5.8 et 5.9), l'analyse de la variance évalue statistiquement le niveau de signification de chaque effet en comparant le carré moyen et l'erreur pure. Dans le cas de l'écorce, Trois effets ont des probabilités (valeur de P) inférieures à 0,05 indiquant qu'ils sont différents de zéro à un niveau de confiance de 95%. On accepte donc l'hypothèse voulant qu'au moins un des coefficients soit différent de zéro. La probabilité pour le manque d'ajustement est supérieure à 0,05 indiquant que le modèle s'adapte bien aux données expérimentales à un niveau de confiance de 95%. Le test de signification pour le manque d'ajustement indique des valeurs critiques $F_{0,05,11,13}$ et $F_{0,05,20,3}$ de 0,42 et 3,46 pour l'écorce et le noyau respectivement. La table de Fisher (34) nous donne 2,65 et 8,66. Le modèle est donc adapté. En regardant les tableaux, on remarque l'influence de la température et du taux de soude sur le rendement. Pour l'écorce, le coefficient de corrélation de la régression R^2 (90,06%) indique que 90,06% de la variation dans le rendement est expliqué par les équations de régression. Les 9,94% restants constituent les résidus: les 8,15% proviennent d'un manque d'ajustement du modèle et 1,79% sont dus à l'erreur pure. Pour le noyau ($R^2=95,21\%$), l'erreur résiduelle représente 4,79%. Le manque d'ajustement contribue pour 3,93% et l'erreur pure pour 0,86%.

Les tableaux 5.10 et 5.11 résument les résultats de l'analyse de régression pour les principales propriétés physiques et optiques pour l'écorce et pour le noyau respectivement. Les résultats obtenus lors des essais sont présentés à l'annexe 2. Ces résultats sont obtenus par interpolation à 200 ml de l'indice d'égouttage pour l'écorce et à 150 ml pour le noyau. L'indice d'égouttage diffère car le type de pâte produite dépend du matériel. Dans le cas du noyau, il s'agit de fibres très courtes qui doivent être amenées à un indice d'égouttage plus bas pour en tirer leur plein potentiel. Les fibres d'écorce étant longues et flexibles, cette pâte peut être conservée à haut indice d'égouttage pour tirer profit de la longueur de fibre. Ces tableaux indiquent les effets de chaque variable sous étude sur les propriétés. Il s'agit d'effets principaux si les variables interviennent individuellement. Les effets d'interaction croisés, sont ceux où les variables réagissent entre eux. Ils sont de la forme X_1X_2 , X_1X_3 , X_2X_3 , etc. On a également des effets d'interaction quadratiques

où les variables réagissent avec elles mêmes et sont de la forme X_1^2 , X_2^2 , X_3^2 , X_4^2 . Ces coefficients de régression permettent d'établir pour chaque propriété, une équation mathématique, basée sur les valeurs codées des variables, qui représente la prédiction de la réponse pour le modèle choisi. Ainsi pour l'écorce, le modèle mathématique pour la longueur de rupture est :

$$\begin{aligned} \text{Longueur de rupture (Km)} = & 9,79161 - 0,586458 * \text{NaOH} + 0,212793 * \text{Na}_2\text{SO}_3 - \\ & 0,0413516 * \text{Temps} + 0,00815625 * \text{NaOH} * \text{Temps} - 0,00435221 * \text{Na}_2\text{SO}_3^2 - \\ & 0,00121094 * \text{Na}_2\text{SO}_3 * \text{Temps} \end{aligned}$$

Les coefficients d'explication de la régression R^2 comme souligné précédemment nous donnent une indication sur la performance des modèles choisis. Dans le cas du noyau, les coefficients d'explication sont relativement élevés pour le rendement, la blancheur, le coefficient de diffusion et l'indice de déchirure, et indiquent de bonnes prédictions, donc des modèles bien adaptés aux données expérimentales. Pour le reste, les coefficients d'explication sont plus bas, ce qui indique à la fois un manque d'ajustement du modèle et des erreurs de manipulation ou de mesure plus importantes. En effet quand on examine les résultats des essais C24 à C28 (point central), on note parfois pour ces dernières propriétés, des fluctuations importantes pour des conditions de mise en pâte identiques. Ces fluctuations peuvent être dues à des erreurs durant la fabrication des formettes (grammage trop élevé ou trop bas) et durant les essais physiques (appareils mal calibrés).

TABLEAU 5.11 Résultats de l'analyse de régression dans le cas du noyau

	Rendement (%)	Longueur Rupture (km)	Indice Éclatement (kPa*m ² /g)	Indice Déchirure (mN*m ² /g)	Blancheur ISO (%)	Coefficient diffusion (m ² /kg)	Coefficient absorption (m ² /kg)
Constante	154,7	-6,64	-34,86	-10,67	199,02	311,7	-7,40
NaOH	-1,57	0,38	0,11	3,63	-2,99	-41,74	
Na ₂ SO ₃	-0,41	0,15	0,29	0,17	-7,41	-9,39	0,59
Température	-0,45	0,057	0,43	0,07	-0,93	-1,592	0,0
Temps	-0,064		0,032	0,029	-0,057		
Na ₂ SO ₃ ²							0,016
NaOH * Na ₂ SO ₃				-0,057		0,50	
NaOH*Température				-0,014		0,20	
NaOH*Temps				-0,009			
Na ₂ SO ₃ *Température					0,049	0,044	-0,007
R ² (%)	95,2	64	69,0	79,4	83,8	89,6	61,6
R _A ² (%)	94,4	59,5	60,1	74,7	81,0	86,6	56,8
F _{0,10,n-p,N-n}	3,46	1,12	1,00	1,30	2,98	1,98	1,92
Fcritique (34)	8,66	8,66	8,66	8,66	8,66	8,66	8,66

5.2.2 Propriétés des pâtes et des papiers

5.2.2.1 Rendement

5.2.2.1.1 Écorce

La figure 5.1 montre le diagramme de Pareto et la surface de réponse pour le rendement pour l'écorce. Le diagramme de Pareto permet de visualiser l'influence de chaque variable sur la réponse. Chaque effet est représenté en valeur absolue divisée par l'erreur standard correspondante. La ligne verticale en pointillé indique le seuil de signification de 95%. Les effets qui vont au delà de cette ligne sont significatifs à 95%. Ceux qui vont en deçà de cette ligne sont peu significatifs. On voit que la température, le taux de soude et le temps ont un impact significatif dans la variation du rendement. Les surfaces de réponse montrent que les rendements les plus élevés sont observés dans les régions où le taux de soude est bas mais également où la température et le temps de cuisson sont bas. Dans ces régions, la dissolution de la lignine et des hydrates de carbone est moins importante. Les essais donnent un rendement maximum de 82,2% pour une température de 140°C, un temps de cuisson de 40 minutes, pour un taux de NaOH de 6% et pour un taux de Na₂SO₃ de 9% (essai B1). Les essais B2 et B20 donnent les rendements les plus bas (72,3% et 70,7%). Ce sont des essais où les taux de soude sont élevés (8% et 7%) et où les températures de cuisson sont également élevées (170°C et 160°C). La figure 5.2 montre la relation qui existe entre les valeurs observées et celles prédites par le modèle. La répartition des points autour de la droite montre une assez bonne relation entre les valeurs observées et les valeurs prédites et donc un modèle adapté aux données expérimentales.

5.2.2.1.2 Noyau

Comme pour l'écorce, le rendement dépend fortement de la température mais aussi du taux de sulfite, de soude et du temps (figure 5.3). Sous certaines conditions sévères de sulfonation, la lignine peut également être dissoute par sulfitolyse (19, 35). L'effet du sulfite est assez significatif dans le cas du noyau car son taux de lignine est assez élevé comparé à celui de l'écorce. Les rendements les plus élevés sont observés lors des essais C1 et C9, où les taux de soude et de sulfite, les températures et les temps de cuisson sont relativement bas. La figure 5.4 montre la relation qui existe entre les valeurs observées et

celles prédites par le modèle. La répartition des points autour de la droite montre une très bonne prédiction.

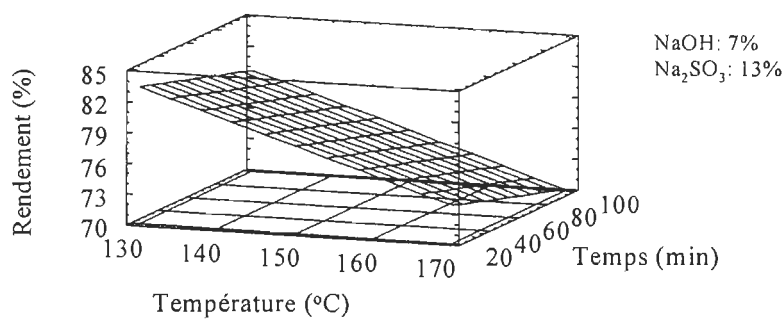
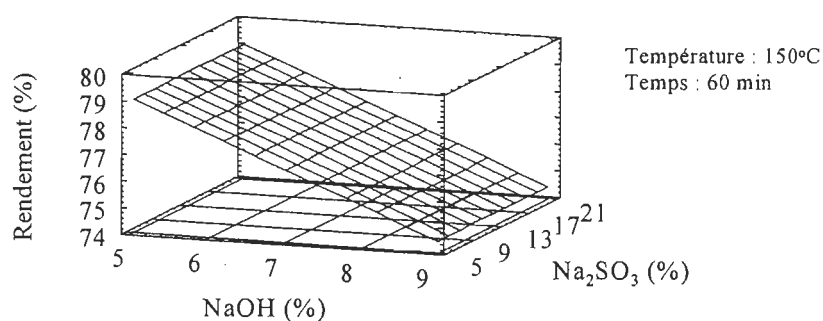
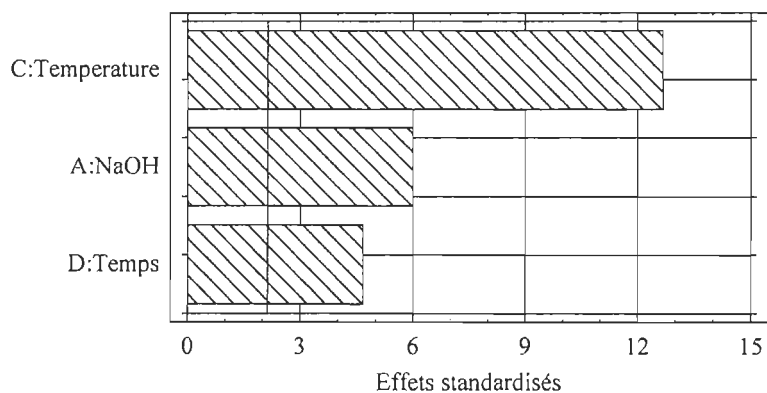


FIGURE 5.1 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour le rendement dans le cas de l'écorce.

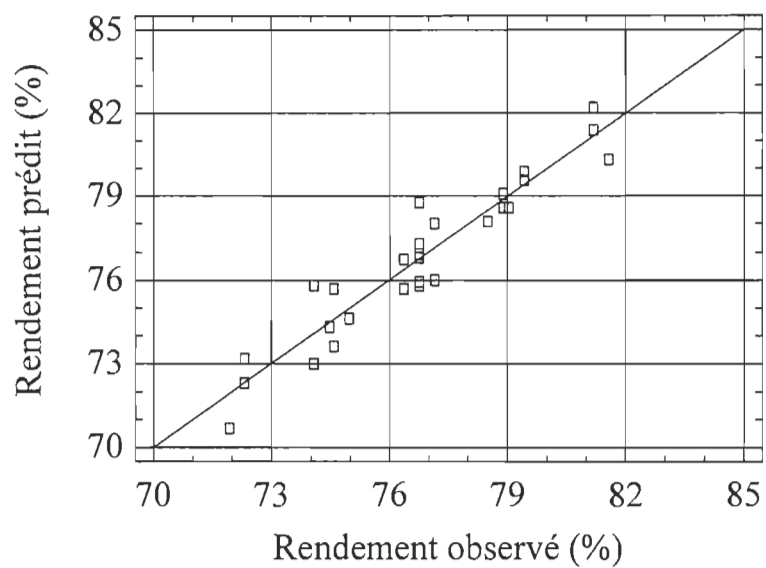


FIGURE 5.2 Relation entre les valeurs prédites et celles observées pour le rendement dans le cas de l'écorce

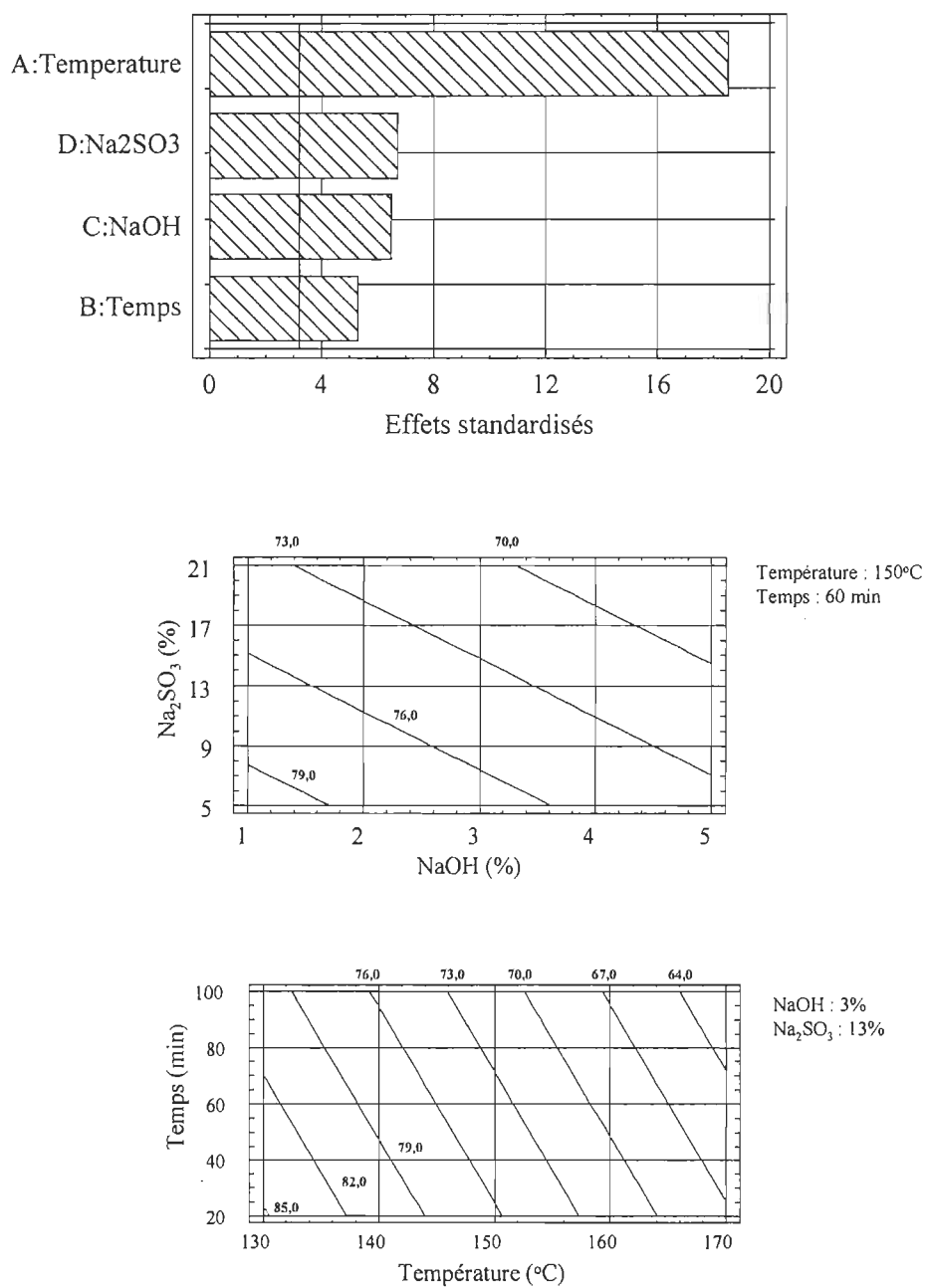


FIGURE 5.3 Diagramme Pareto et lignes de contour pour le rendement dans le cas du noyau

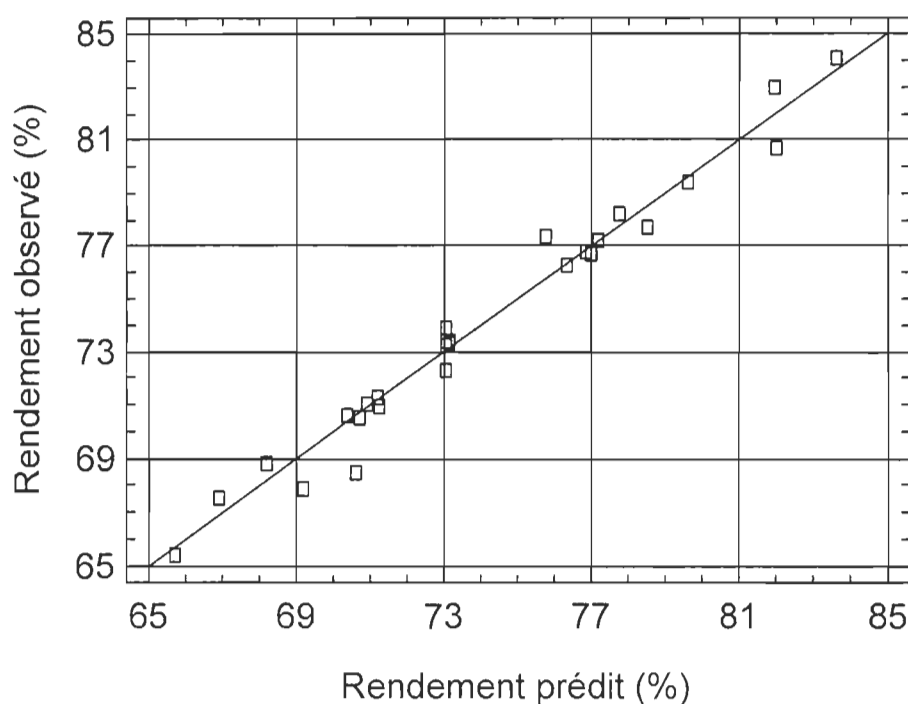


FIGURE 5.4 Relation entre les valeurs prédites et celles observées pour le rendement dans le cas du noyau

5.2.2.2 Longueur de rupture

5.2.2.2.1 Écorce

La figure 5.5 montre la longueur de rupture en fonction des variables. D'après le modèle, la valeur de la longueur de rupture est faible dans la zone où le taux de sulfite est bas et le taux de soude élevé. On note un effet très positif du sulfite sur cette propriété. La sulfonation rend les fibres plus flexibles et donc favorise la formation de liaisons fortes, ce qui augmente les propriétés mécaniques du papier. L'alcalinité favorise la formation d'ions sulfoniques mais pour des taux élevés de soude (de 7 à 9%) et dans la région où le taux de sulfite est bas (de 5 à 9%), les réactions d'hydrolyse sont plus importantes que les réactions de sulfonation. On ne note pas de variation de la longueur de rupture avec la température et le temps de cuisson. Ces deux variables n'ont pas d'effet significatif sur

cette propriété. Le kenaf comme toutes les plantes annuelles, a une structure ouverte, avec peu de lignine initiale dans le cas de l'écorce; il est donc possible que les réactions aient eu lieu très vite, en début de cuisson. La valeur maximale de longueur de rupture est observée à l'essai B3 (8,41 km), ce qui correspond à un taux de soude de 6%, un taux de sulfite de 17%, une température et un temps de cuisson de 140°C et 40 minutes. À 140°C, les effets de gonflement provoqués par la soude sont généralement importants. La densité, l'indice d'éclatement et l'ETA varient dans le même sens. Les résultats des essais sont présentés à l'annexe 2.

5.2.2.2.2 Noyau

La longueur de rupture augmente avec une augmentation du taux de soude et l'apport du sulfite sur cette propriété est très significatif (figure 5.6). Contrairement à l'écorce, le modèle prévoit une augmentation assez importante de la longueur de rupture avec la température (de 3,7 à 6 km environ). Le taux de lignine est plus élevé, on a donc plus de chance de former des ions à température élevée. Nos essais donnent une valeur maximale pour la longueur de rupture de 6,63 km (essai C2), ce qui correspond à un taux de soude de 4%, un taux de sulfite de 17%, une température de 160°C et un temps de cuisson de 80 minutes.

5.2.2.3 Indice de déchirure

5.2.2.3.1 Écorce

La figure 5.7 présente la réponse de surface pour l'indice de déchirure en fonction des variables. La déchirure dépend essentiellement de la longueur et de la flexibilité des fibres car les fibres longues et flexibles donnent un haut degré de lien inter-fibre. L'indice de déchirure est fortement influencé par le taux de soude et la température. Comme on l'a vu lors des essais préliminaires, la température a un effet très positif sur l'indice de déchirure; Elle semble plus favorable à une bonne séparation des fibres. La soude et le

sulfite favorisent les effets de gonflement et la fibrillation. On obtient ainsi des fibres bien séparées et longues mais aussi plus flexibles. Les résultats obtenus lors des essais donnent un maximum de $12,74 \text{ mN}\cdot\text{m}^2/\text{g}$ (essai B13) pour un taux de soude de 8%, à 160°C pour une temps de 40 minutes.

5.2.2.3.2 Noyau

Tout comme dans le cas de l'écorce, l'indice de déchirure est influencé par le taux de soude et la température (figure 5.8). L'apport du sulfite est assez net dans les régions où le taux de soude est inférieur à 3%. Au delà de 3% de soude la courbe indique une baisse de l'indice de déchirure avec le taux de sulfite. On peut expliquer ce phénomène par une baisse de formation d'ions consécutive à une dissolution importante de la lignine et des hémicelluloses. Pour les essais, on obtient une valeur maximale de $4,95 \text{ mN}\cdot\text{m}^2/\text{g}$ (essai C14) à 160°C , 80 min pour 2% de soude et 17% de sulfite.

5.2.2.4 Blancheur

5.2.2.4.1 Écorce

La figure 5.9 montre l'effet néfaste de la soude et de la température de cuisson sur la blancheur. On voit également l'effet protecteur du sulfite sur la blancheur. Les valeurs les plus élevées pour la blancheur se situent entre 130°C et 140°C . La valeur la plus élevée pour la blancheur est obtenue lors de l'essai B18 à 150°C , 60 minutes, avec 13% de sulfite et 5% de soude

5.2.2.4.2 Noyau

À la figure 5.10, on note également l'effet néfaste de la soude et de la température sur la blancheur. L'apport du sulfite est très peu significatif surtout à 5% de taux de soude. La

blancheur maximale obtenue est de 58,22% (essai C1) à 140°C, 40 minutes, avec 2% de soude et 9% de sulfite.

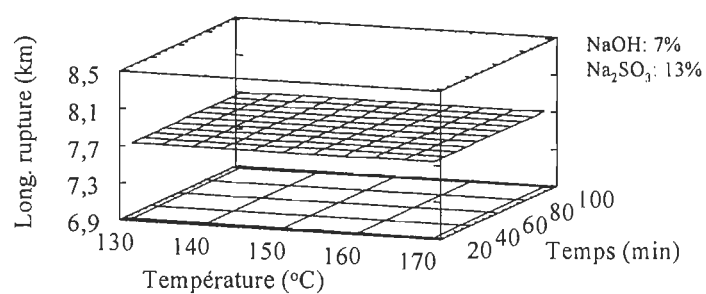
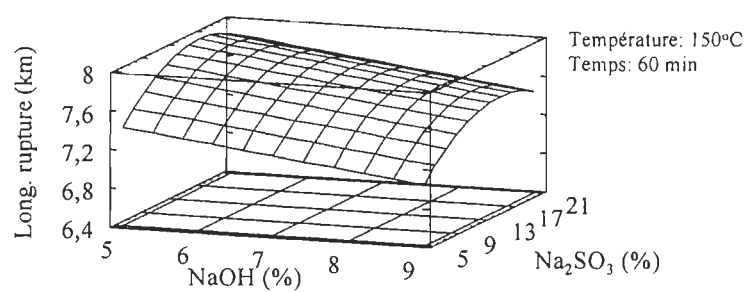
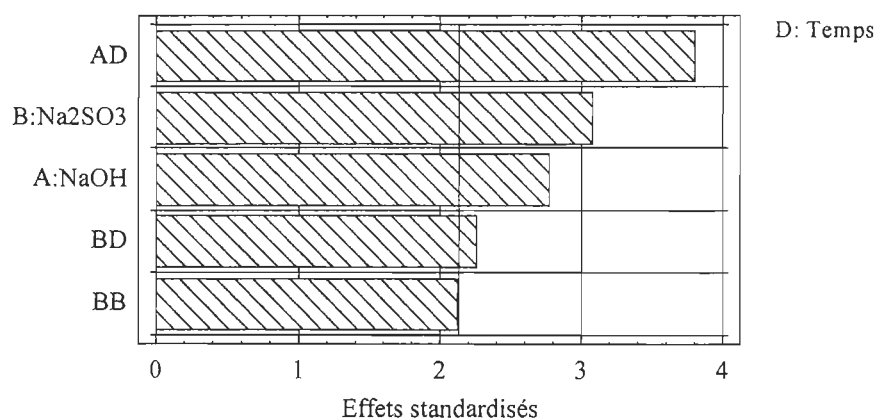


FIGURE 5.5 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour la longueur de rupture dans le cas de l'écorce

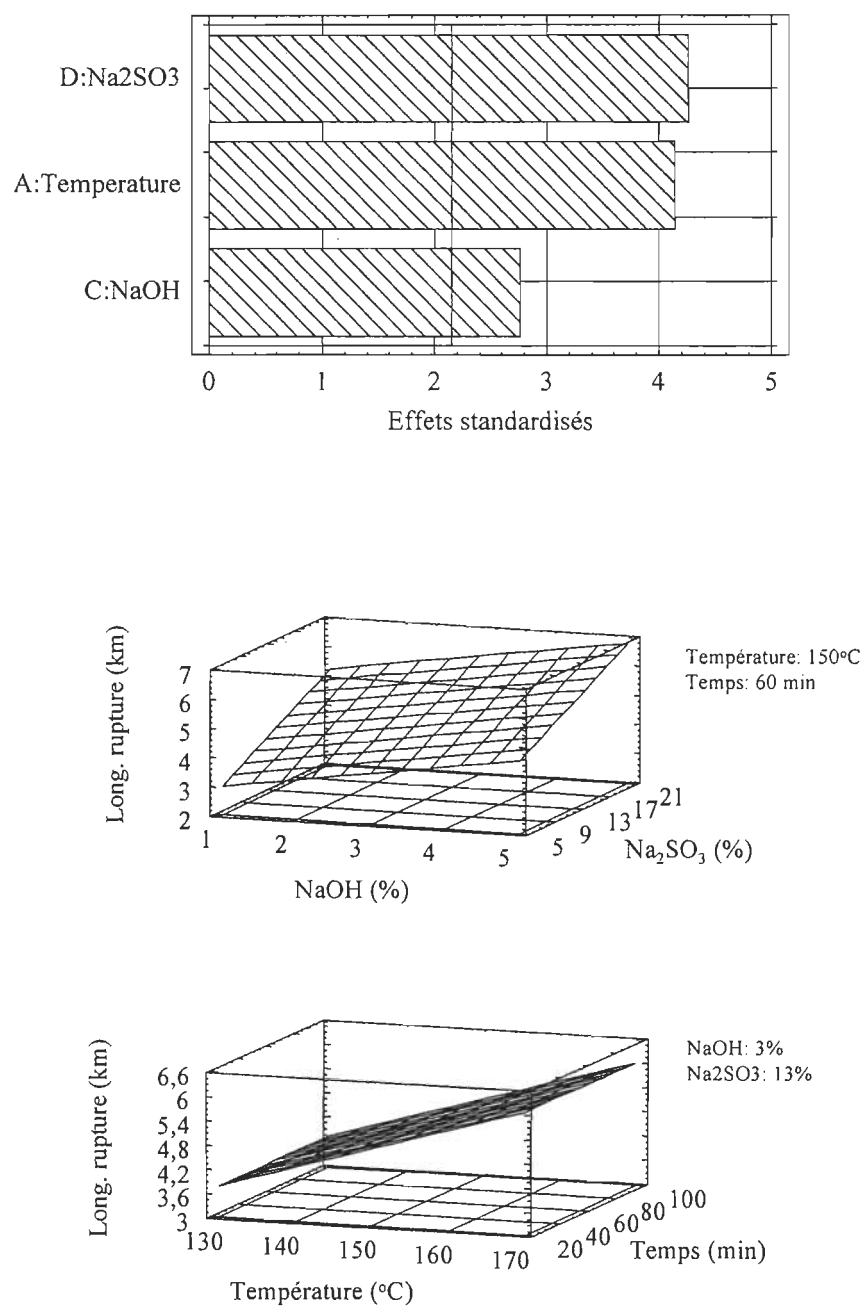


FIGURE 5.6 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour la longueur de rupture dans le cas du noyau

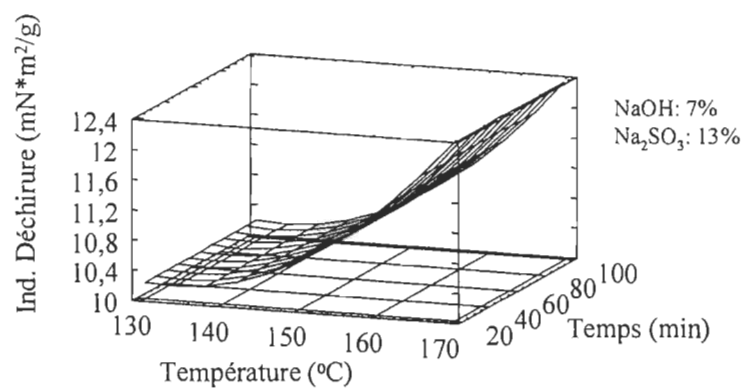
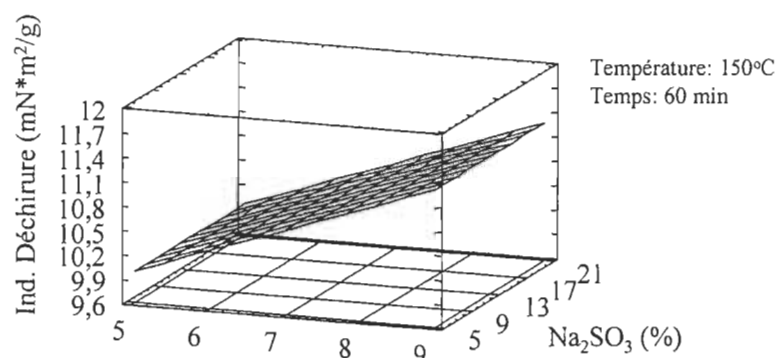
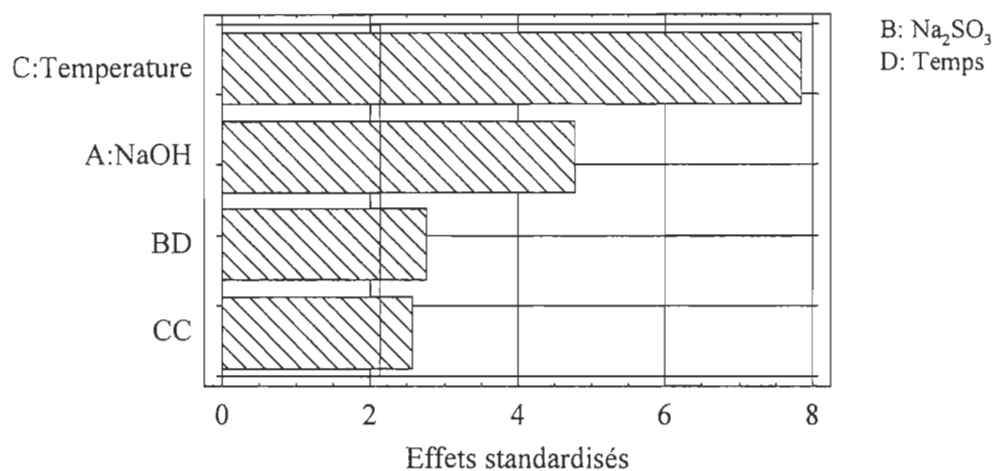


FIGURE 5.7 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour l'indice de déchirure dans le cas de l'écorce

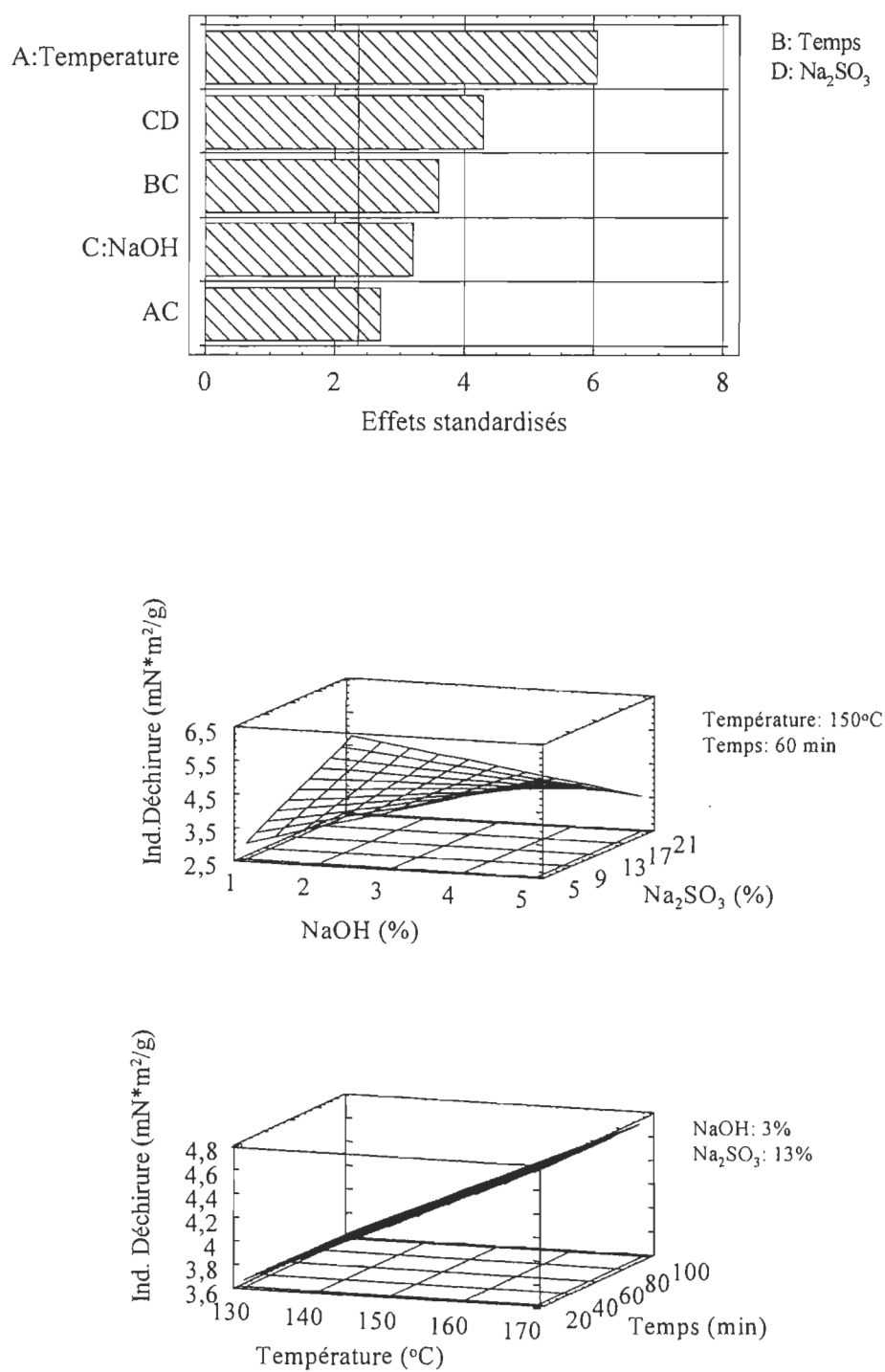


FIGURE 5.8 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour l'indice de déchirure dans le cas du noyau

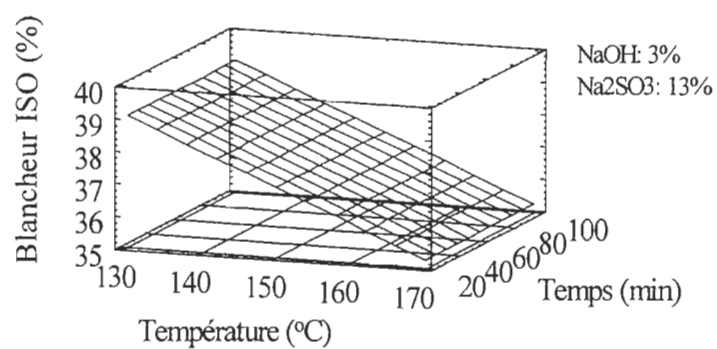
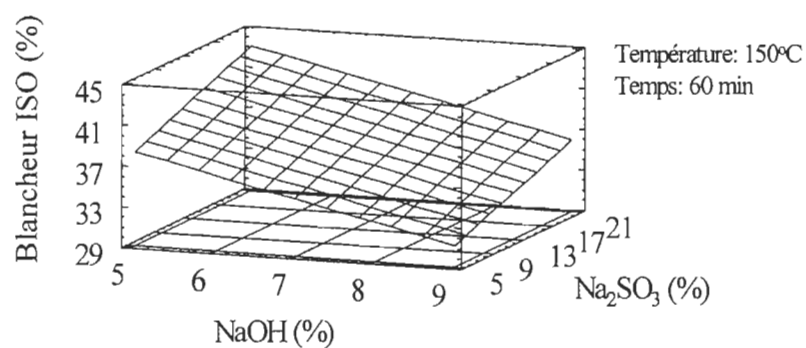
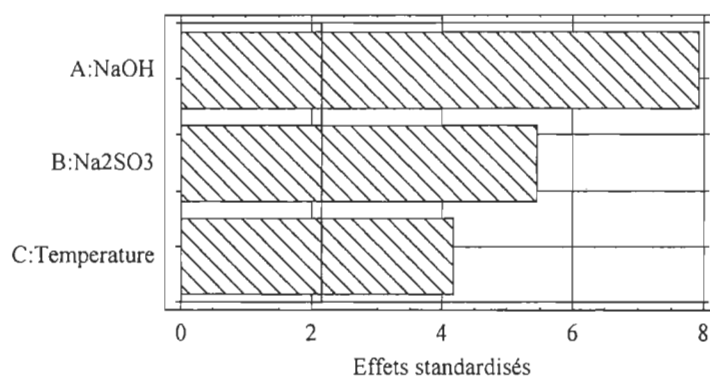


FIGURE 5.9 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour la blancheur dans le cas de l'écorce

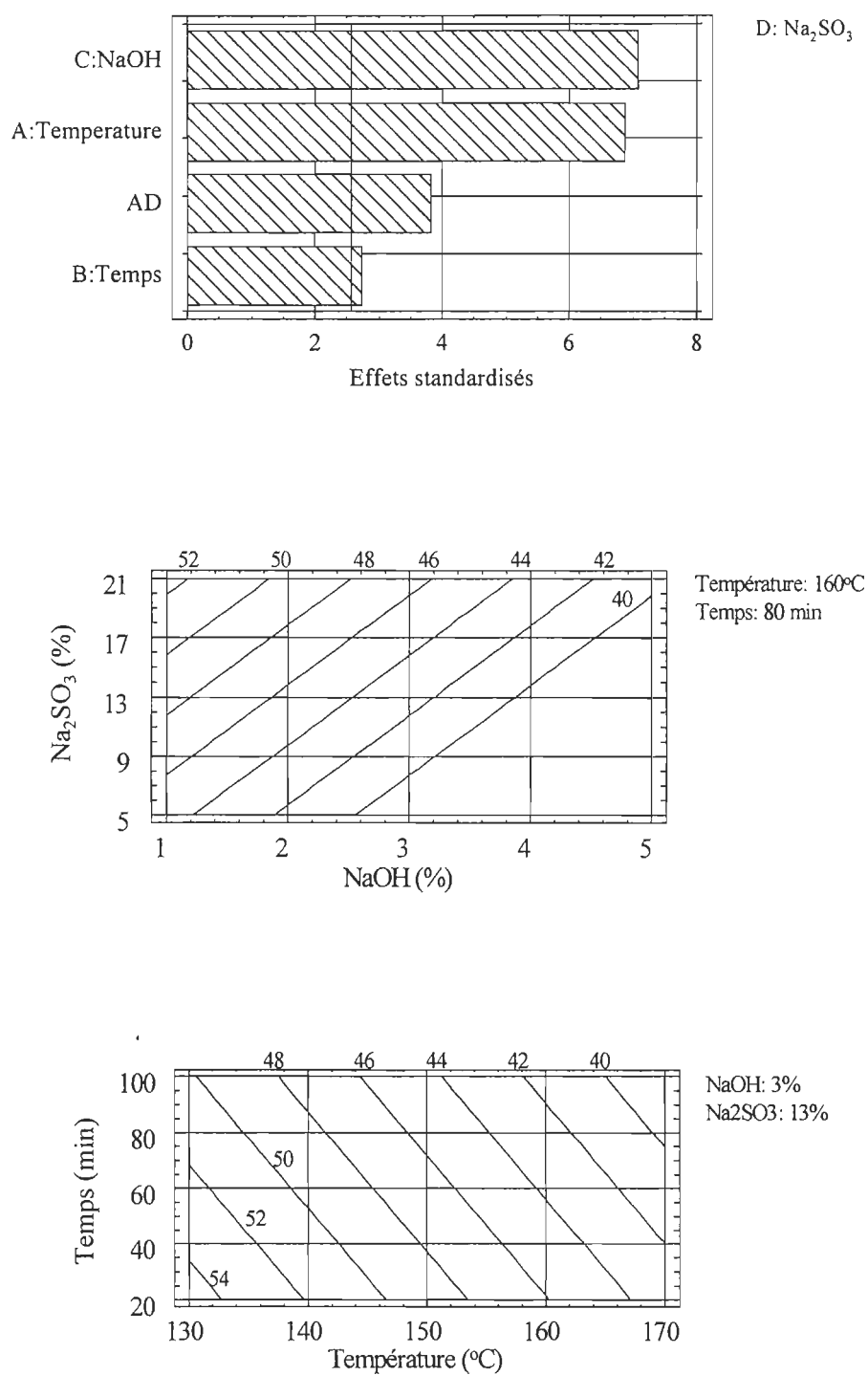


FIGURE 5.10 Diagramme Pareto et lignes de contour pour la blancheur dans le cas du noyau

5.2.2.5 Coefficient de diffusion de la lumière

5.2.2.5.1 Écorce

Le coefficient de diffusion de la lumière mesure la surface non liée à l'intérieur d'une feuille de papier. L'augmentation des liens inter-fibres décroît la diffusion de la lumière. Le modèle prévoit une augmentation du coefficient de diffusion avec une augmentation du taux de soude et de la température (figure 5.11). Le coefficient de diffusion est plus élevé dans la zone où le taux de soude est élevé et le taux de sulfite bas. Il baisse ensuite quand le taux de sulfite augmente, ce qui indique un effet favorable du sulfite sur cette propriété dans cette zone. La sulfonation rend les fibres flexibles et favorise la formation de liaisons. L'essai B3 donne le coefficient de diffusion le plus bas avec $18,27 \text{ m}^2/\text{kg}$ pour 6% de NaOH, 17% de Na_2SO_3 à 140°C et 40 min.

5.2.2.5.2 Noyau

À la figure 5.12, on note l'effet du sulfite sur cette propriété. L'augmentation du taux de soude et de la température entraîne une baisse du coefficient de diffusion de la lumière. Le sulfite est également favorable à cette propriété. La soude et le sulfite favorisent la flexibilité des fibres et donc la formation de liens inter-fibres. La formation d'ions sera plus importante aux températures élevées à cause du taux de lignine plus élevé dans le cas du noyau.

5.2.2.6 Coefficient d'absorption de la lumière

5.2.2.6.1 Écorce

Le coefficient d'absorption augmente avec le taux de soude et la température mais baisse avec le taux de sulfite (figure 5.13). La température provoque la création de groupes chromophores sur la lignine et en présence de soude, la lignine réagit pour former des

groupements quinoniques (31). Tous ces groupements absorbent la lumière. La sulfonation modifie la structure fondamentale de la lignine; elle améliore la blancheur et provoque donc une baisse du coefficient d'absorption.

5.2.2.6.2 Noyau

Dans le cas du noyau, le modèle ne prévoit pas d'effets significatifs de la température et de la soude sur cette propriété. Le sulfite favorise cependant une baisse du coefficient d'absorption jusqu'à 13% de sulfite. Le coefficient d'absorption atteint un seuil minimal avec le taux de sulfite, qui se répercute par une légère augmentation dans le graphe due à l'utilisation d'un effet quadratique dans le modèle. Ce type de modèle ne peut en effet composer avec l'atteinte d'un plateau.

5.2.3 Conclusions

La modélisation du comportement du kenaf lors de la mise en pâte a permis de mettre en évidence encore une fois que l'alcalinité, la température et le temps de cuisson sont déterminants sur la variation du rendement aussi bien pour l'écorce que pour le noyau.

On a noté un effet très positif du sulfite sur la longueur de rupture aussi bien pour l'écorce que pour le noyau. L'alcalinité est très favorable à cette propriété dans le cas du noyau. Dans le cas de l'écorce, on a observé une baisse de cette propriété avec l'alcalinité. L'effet de la température sur cette propriété est plus marqué dans le cas du noyau probablement à cause, entre autres, de son taux de lignine plus élevé; la température élevée est en général favorable à la formation d'ions.

Les traitements chimiques et la température sont en général favorables à l'indice de déchirure, aussi bien pour l'écorce que pour le noyau.

On a également noté l'effet néfaste de la soude et de la température sur la blancheur; ils contribuent tous les deux à la coloration de la pâte et donc du papier. L'apport du sulfite est significatif dans le cas de l'écorce mais semble faible dans le cas du noyau.

La sulfonation et l'alcalinité favorisent la flexibilité des fibres et provoquent en général une baisse du coefficient de diffusion aussi bien pour l'écorce que pour le noyau. Contrairement au cas du noyau, la température a un effet négatif sur le coefficient de diffusion dans le cas de l'écorce.

Le sulfite favorise en général une baisse du coefficient d'absorption pour les deux constituants du kenaf. La soude et la température ont provoqué une augmentation du coefficient d'absorption dans le cas de l'écorce alors que dans le cas du noyau, le modèle ne prévoit aucune variation de cette propriété avec ces deux variables.

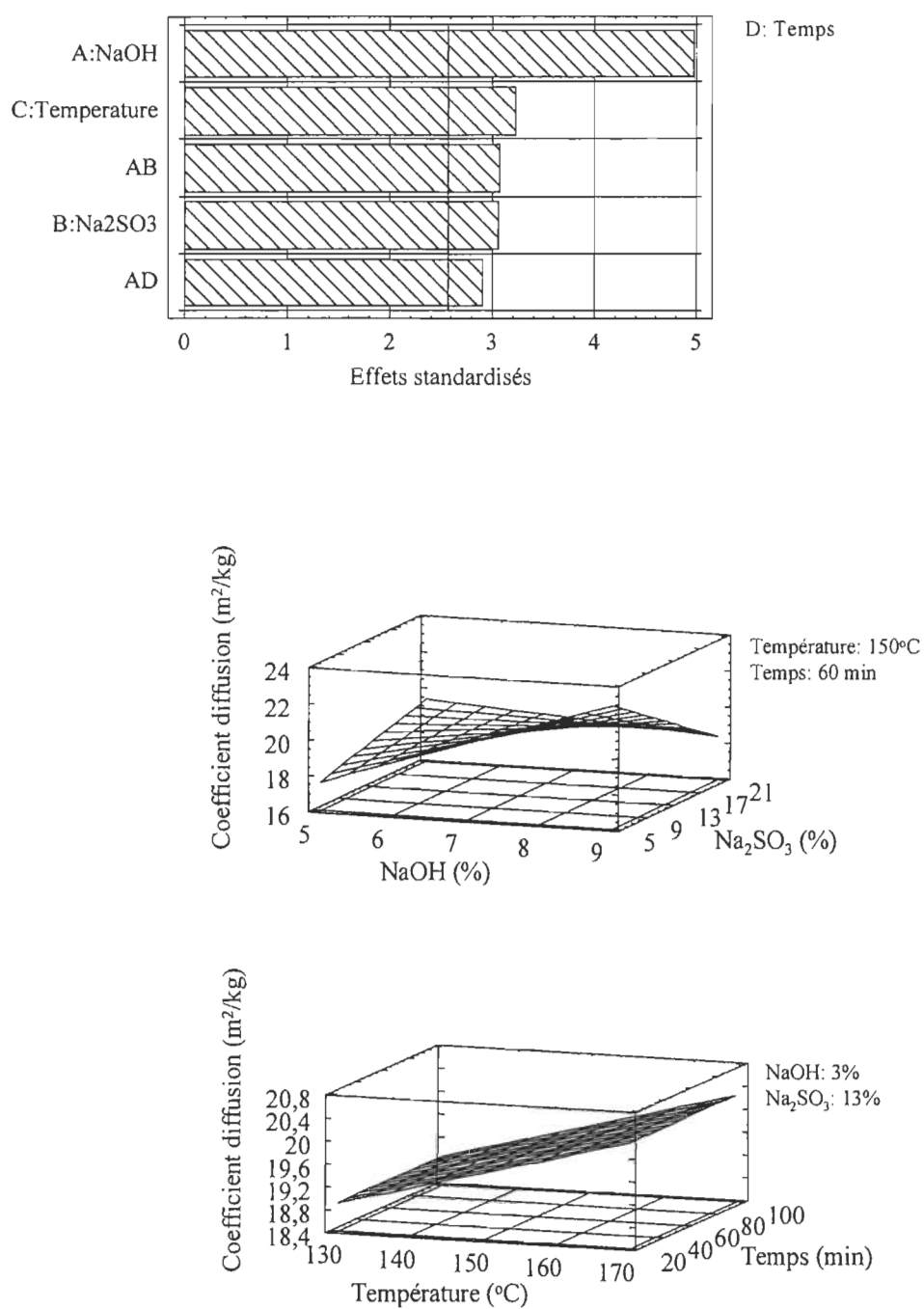


FIGURE 5.11 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour le coefficient de diffusion dans le cas de l'écorce

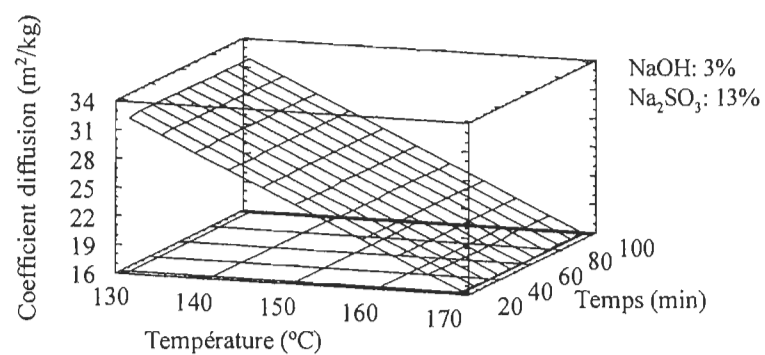
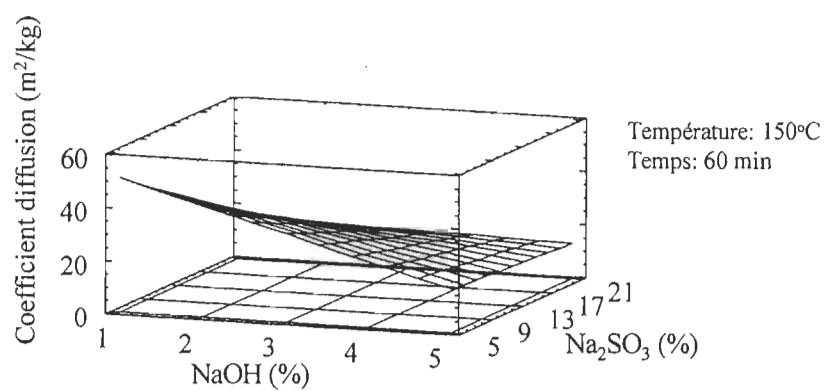
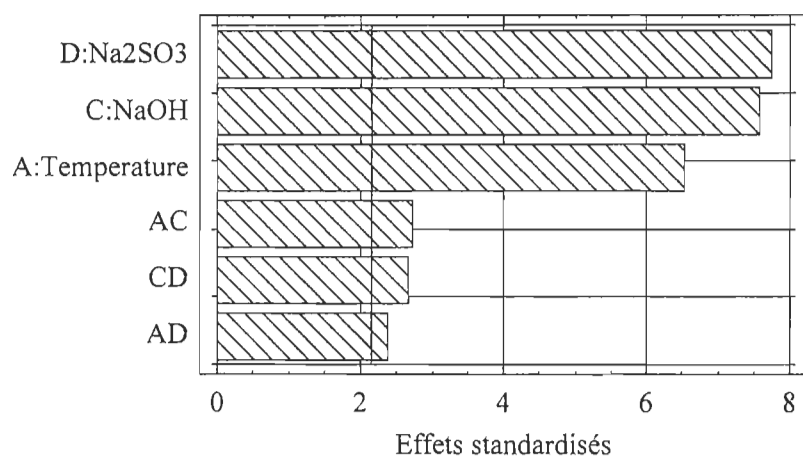


FIGURE 5.12 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour le coefficient de diffusion dans le cas du noyau

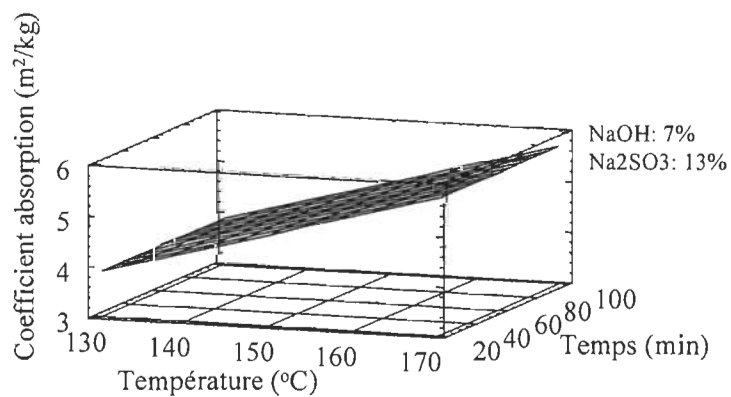
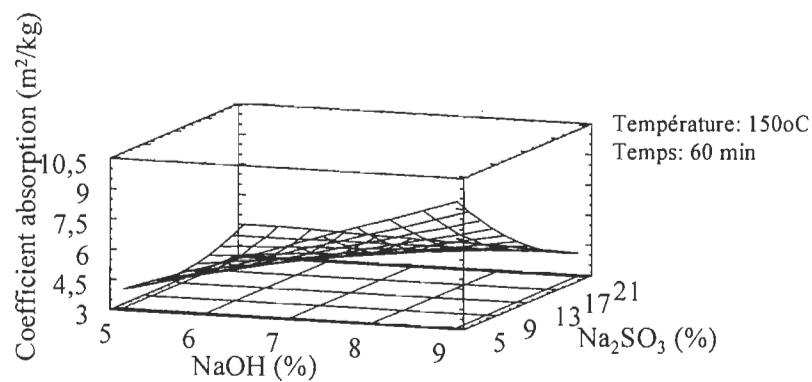
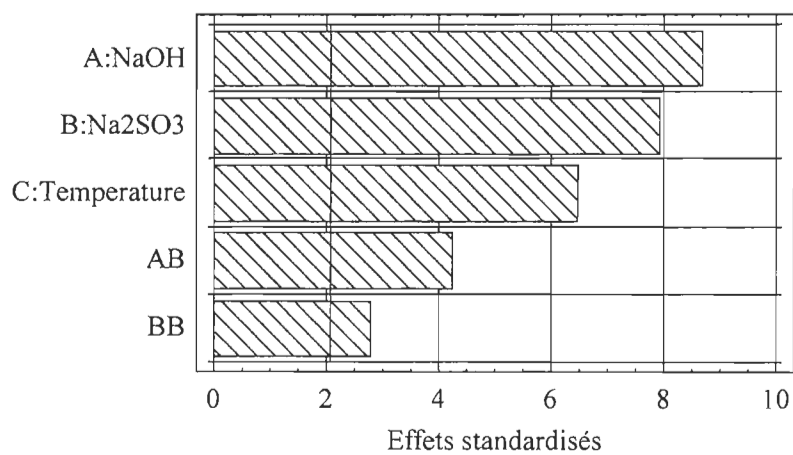


FIGURE 5.13 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour le coefficient d'absorption dans le cas de l'écorce

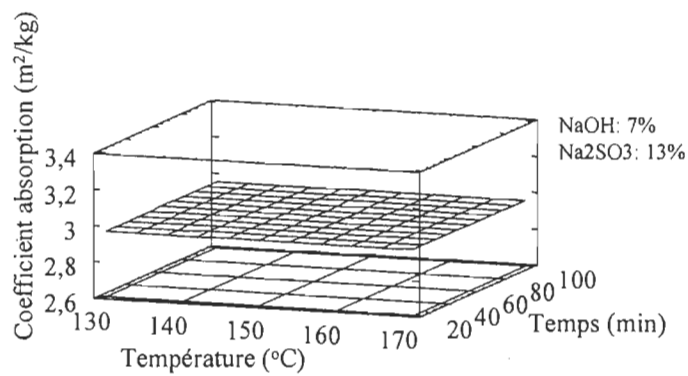
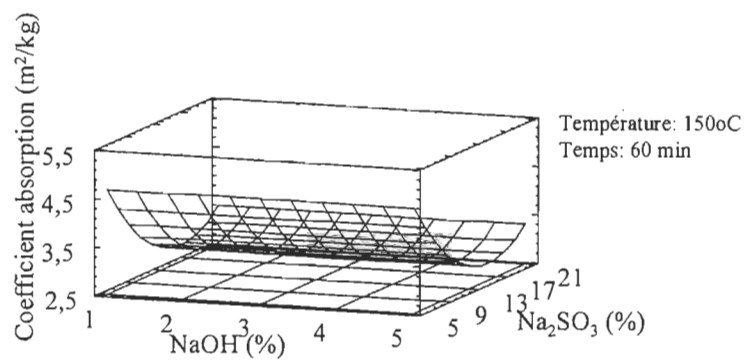
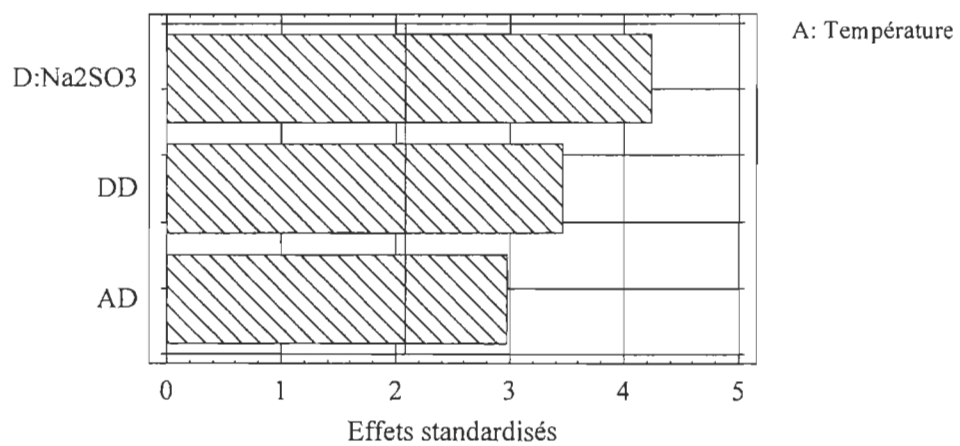


FIGURE 5.14 Diagramme Pareto et surfaces de réponse pour le coefficient d'absorption dans le cas du noyau

5.2.4 Comparaison des résultats des essais avec des propriétés d'une pâte kraft et d'une pâte thermomécanique (PTM) de résineux

Les tableaux 5.12 et 5.13 sont les résumés des meilleures propriétés mécaniques et optiques obtenues lors des essais. Les résultats des essais que nous allons présenter en comparaison de résultats d'une pâte kraft et d'une pâte thermomécanique (PTM) de résineux ont été établis en faisant un compromis entre les conditions de mise en pâte, le rendement, les propriétés mécaniques et la blancheur. Pour l'écorce, l'essai B18 serait le meilleur choix; le rendement est assez élevé (78,6%), la température et le temps de cuisson acceptables (150°C, 60 min), les quantités de produits chimiques bonnes pour les résultats obtenus (5% de NaOH et 13% de Na₂SO₃) et les propriétés mécaniques (longueur de rupture, indice d'éclatement, ETA, indice de déchirure) sont généralement bonnes (tableau A2.5). Le meilleur essai dans le cas du noyau est l'essai C28.

TABLERAU 5.12 Meilleures propriétés des pâtes et papiers de l'écorce lors de l'optimisation à 200 ml d'indice d'égouttage

ÉCORCE		NaOH (%)	Na ₂ SO ₃ (%)	Température (°C)	Temps (min)	# essai
Rendement (%)	82,2	6	9	140	40	B1
Long. Rupture (km)	8,41	6	17	140	40	B3
Ind. d'éclatement (kpa*m ² /g)	6,88	8	17	160	80	B2
ETA (g/cm)	138,83	7	13	150	160	B28
Ind. Déchirure (mNm ² /g)	12,74	8	9	160	40	B13
Blancheur ISO (%)	41,15	5	13	150	60	B18
Opacité (%)	91,89	8	9	160	80	B6
Coefficient diffusion (m ² /kg)	18,27	6	17	140	40	B3

TABLEAU 5.13 Meilleures propriétés des pâtes et papiers du noyau lors de l'optimisation à 150 ml d'indice d'égouttage

NOYAU		NaOH (%)	Na ₂ SO ₃ (%)	Température (°C)	Temps (min)	# essai
Rendement (%)	84,1	2	9	140	40	C1
Long. Rupture (km)	6,63	4	17	160	80	C2
Ind. d'éclatement (kpa*m ² /g)	2,70	3	13	150	60	C27
ETA (g/cm)	34,77	3	13	150	60	C28
Ind. Déchirure (mNm ² /g)	4,95	2	17	160	80	C14
Blancheur ISO (%)	58,22	2	9	140	40	C1
Opacité (%)	93,74	3	5	150	60	C17
Coefficient diffusion (m ² /kg)	15,70	4	17	160	80	C2

Le tableau 5.14 montre les résultats de nos essais et ceux d'une pâte kraft semi blanchie et d'une pâte thermomécanique (PTM) de résineux. Ces résultats montrent que la plupart des propriétés de l'écorce sont semblables à celles de la pâte kraft de résineux. Pour un rendement de l'écorce de 34% plus élevé, la longueur de rupture et l'indice d'éclatement sont semblables à celles de la pâte kraft. L'indice de déchirure est cependant en faveur de la pâte kraft avec un écart de 40%. Cette différence est probablement due en grande partie à une différence de longueur de fibres. Dans l'ensemble, la comparaison se fait aisément.

TABLEAU 5.14 Propriétés des pâtes et papiers de kenaf et celles de kraft et PTM de résineux

	Écorce	Noyau	Kraft SB	PTM
Conditions de mise en pâte				
NaOH (%)	5	3	-	-
Na ₂ SO ₃ (%)	13	13	-	-
Température (°C)	150	150	-	-
Temps (min)	60	60	-	-
Propriétés				
Rendement (%)	78,6	73,2	45	94
Ind. d'égouttage (ml)	200	150	550	150
Densité (g/cm ³)	0,56	0,51	0,66	0,40
Long. Rupture (km)	7,8	6,2	8,0	4,0
Ind. Déchirure (mNm ² /g)	9,9	4,0	14,0	8,0
Ind. d'éclatement (kPa*m ² /g)	6,4	2,6	6,0	1,7
Blancheur ISO (%)	41	45	70	56

CHAPITRE 6 - CONCLUSIONS

Les résultats obtenus lors des essais préliminaires réalisés sur les deux composantes du kenaf ont montré que dans la mise en pâte chimicomécanique du kenaf, il y a des risques importants de dégradation de la pâte, quand on applique au delà de 8% de soude dans le cas de l'écorce et 5% dans le cas du noyau. Ce risque est d'autant plus important que la température et le temps de traitement sont élevés. Pour un taux de soude variant de 5% à 15%, les résultats obtenus pour la viscosité et les propriétés mécaniques indiquent qu'il y a eu des pertes importantes d'hydrates de carbone et peut être un affaiblissement des fibres. On a également noté une baisse importante des ions sulfoniques et carboxyles, pour les deux niveaux de température et de temps de traitement, mais le traitement à 170°C et 90 minutes semble généralement plus favorable à la formation d'ions sulfoniques et carboxyles que celui à 150°C et 30 minutes. Les teneurs en ions sulfoniques et de carboxyles sont plus élevées pour l'écorce. Les traitements sont assez favorables à la déchirure entre 5 et 10 % de NaOH. Elle augmente sensiblement avec l'alcalinité et les meilleurs résultats sont obtenus à 170°C et 90 minutes. On a pu observer l'effet néfaste de la soude sur la blancheur pour chacun des constituants et pour les deux niveaux de température et de temps de cuisson. Cette baisse est plus marquée à 170°C et 90 minutes.

L'optimisation de la mise en pâte des deux constituants du kenaf a permis d'obtenir d'excellentes propriétés physiques, pour les rendements réalisés. Les traitements chimiques et la température sont en général favorables à l'indice de déchirure, aussi bien pour l'écorce que pour le noyau. On a noté un effet très positif du sulfite sur la longueur de rupture pour les deux constituants. L'effet de la température sur cette propriété est plus marqué dans le cas du noyau probablement à cause, entre autres, de son taux de lignine plus élevé; la température élevée est en général favorable à la formation d'ions.

Dans le cas de l'écorce par exemple, l'essai réalisé à une température et un temps de cuisson de 150°C et 60 min, des taux de NaOH de 5% et de Na₂SO₃ de 13%, donnent des

propriétés physiques semblables à celle d'une pâte kraft semi blanchie (KSB) de résineux, pour un rendement de l'écorce de 34% plus élevé. L'indice de déchirure est cependant en faveur de la pâte kraft avec un écart de 40%.

Il est cependant nécessaire d'effectuer un blanchiment pour le produit visé. Il serait intéressant d'optimiser un mélange de pâte d'écorce et de noyau de kenaf. Une autre option serait d'optimiser un mélange de pâte thermomécanique de résineux et de nos pâtes d'écorce et de noyau de kenaf. Une formulation de 15% de la pâte kraft semi blanchie de résineux avec 50% de pâte d'écorce et 35% de pâte du noyau permettrait d'obtenir d'excellentes propriétés pour le produit visé.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. Anonyme. (2000). "Pulp and Paper International". Annual Report, Vol. 42, No. 7, p. 9.
2. ATCHISON, J.E., (1991). "World wide capacities for nonwood plant fiber pulping increasing faster than wood pulping capacities". Nonwood Plant Fiber Pulping. Progress Report 19. Tappi Press. pp 1-22.
3. ATCHISON, J.E (1998). "Update on global use of nonwood plant fibers and some prospects for their greater use in the United States". Tappi Proceeding. North American Fiber Symposium. Atlanta, Georgia. pp 13-42.
4. WONG, A. (1981). "Sulfite pulping: a review of its history and current technology". Pulping Processes. Mill Operations, Technology and Practices. Edited by Kenneth E. Smith. Miller Freeman Publications Inc.
5. GRACE, M. THOMAS et al (1989). "Alkaline pulping". Pulp and Paper Manufacture. Third edition pp 23-98.
6. SCHOENTHALER, K. and FUENTES, E. (1983). "Production of newsprint from 100 % kenaf". Nonwood Plant Fiber Pulping. Progress report 14. Tappi Press. pp 51-65.
7. KUGLER, D.E. (1996). "Growing Tomorrow Today Naturally!" Journal of kenaf Industries Corporate Offices. pp 1-5.
8. GALLUSI, G., FERMONT, M., AVIGNI, M., (2001). "K.E.F.I. s.p.a. Fibre Naturali. Unique fournisseur italien de kenaf et de chanvre". Uniform Resource locator. <http://www.kenaf-fiber.com/french/hom.html>.
9. Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture, Centre de ressources numériques (2002). "Jute, kénaf et fibres apparentées. Bulletin statistique". Uniform Resource locator. <http://www.fao.org/es/ESC/esce/escr/jute/pdfs/June-02.pdf>.

10. ADAWSON, W.C., WHITE, G.A., and MINTOU, N.A. (1969). "Kenaf for pulp-Breeding and production research progress". Nonwood Plant Fiber Pulping. Progress Report 1. Tappi Press. pp 1-25.
11. TOUZINSKY, G.F., CLARK, T.F., and TALLENT, W.H. (1973). "Soda pulps from kenaf bark and from core". Nonwood Plant Fiber Pulping. Progress Report 4. Tappi Press. pp 49-60.
12. KALDOR, A.F., (1991). "An Australian kenaf pulp mill based on the alkal method of separation of the bast and core fibers". Nonwood Plant Fiber Pulping. Progress Report 19. Tappi Press. pp 33-38.
13. VALADE, J.L., LANOUILLE, R., LAW, K.N., SARR, M.N. (1998). "Feuilles lourdes (première partie) ". Rapport préparé pour le Ministère des Ressources Naturelles du Québec. pp 5-19.
14. TOUZINSKY, G.F., CLARK, T.F., and TALLENT, W.H., (1971). "Characteristics of sulfate pulps from kenaf bark and core". Nonwood Plant Fiber Pulping. Progress Report 3. Tappi Press. pp 25-54.
15. BERZINS, V. (1996). "Chemical Composition of Woods". Research Note No 61. Pulp and Paper Research Institute of Canada. 11 pages.
16. INGRUBER, O.V., KOCUREK, M.J., WONG, A. (1983). "Sulfite Science & Technologie". Pulp and Paper Manufacture, Vol. 4, third edition, pp 24-41.
17. SVEN, A.R. (1965). "Pulping Processes". Interscience Publishers Inc. New York. pp 277-692.
18. GARCEAU, J.J. (1989). "Pâtes mécaniques et chimicomécaniques". Association Canadienne des Pâtes et Papiers (ACPP). pp 7-16.

19. HEITNER, and ATTACK, D. (1983). "Ultra high yield pulping of aspen, effects of ion content". Pulp and Paper Canada. pp 59-64.
20. BEASTON, R.P., HEITNER, C., RIVEST, M., ATTACK, D. (1985). "Sulfite treatment of aspen. Factors affecting the formation of carboxylate and sulfonate group." Paperi ja Puu Paper och trä No. 11 pp 702-708.
21. MANNAR, G.R. (1988). "Bagasse pulping in a continius digester for bleachable grades". Nonwood Plant Fiber Pulping. Progress Report 18. Tappi Press. pp 39-50.
22. KARLGREN, C., KALDOR, A. and VERWEST, H. (1991). "Kenaf. A fast growing fibre source for papermaking". Nonwood Plant Fiber Pulping. Progress Report 19. Tappi Press. pp 159-172.
23. BAGBY, M.O., CUNNINGHAM, R.L., TOUZINSKY, G.F., HAMERSTRAN, G.E., CURTIS, E.L., HOFREITER, B.T., (1979). "Kenaf thermomechanical pulp in newsprint" Nonwood Plant Fiber Pulping. Progress Report 10. Tappi Press. pp 111-112.
24. HURTER, R.W., RICCIO, F.A. Jr (1998). "Why CEO's don't want to hear about nonwood - or should they?" Tappi Proceeding. North American Fiber Symposium. Atlanta, Georgia. pp1-10.
25. CALABRÒ, G. (1994). "Kenaf pulp properties as function of their composition, yield and freeness". Nonwood Plant Fiber Pulping. Progress Report 21. Tappi Press. pp 91-100.
26. EROGLU, H., USTA, M., and KIRCHI, H. (1994). "A review of oxygen pulping conditions of some nonwood plants growing in turkey". Nonwood Plant Fiber Pulping. Progress Report 21. Tappi Press. pp 33-40.
27. HODGSON, P.W., LAWFORD, W.H., PERRAULT, C.A. (1980). "ANPA, International paper sales kenaf newsprint project". Nonwood Plant Ffiber Pulping. Progress Report 11. Tappi Press. pp 25-32.

28. BAGBY, M.O., CUNNINGHAM, R.L., and CLARK, T.F., (1974). "Kenaf pulp. Soda vs. Sulfate". 1974 Non-sulfur pulping symposium, October 16-18 Sheraton Inn Madison, Wi. Technical Association of the Pulp and Paper Industry. Pp 155-160.

29. JEYASINGAM, J.T. (1991). "Mill experience in the application of nonwood plant fiber for papermaking". Nonwood Plant Fiber Pulping. Progress Report 20. Tappi Press. pp 39-44.

30. JEYASINGAM, J.T. (1991). "A summary of special problems and considerations related to nonwood fiber pulping world wide". Nonwood Plant Fiber Pulping. Progress Report 19. Tappi Press. pp 19-158.

31. KORAN, Z. (1981). "Caractéristiques papetières des bois feuillus". Forêt et Papier. Mars-Avril pp 16-20.

32. KATZ, S., BEATSON, R.P., SCALLAN, A.M. (1984). "The determination of strong and weak acid groups in sulfite pulps". Svensk papperstidning no 6 pp R48-R53.

33. CASEY, James, P. (1952). "Pulping and papermaking". Pulp and Paper. Interscience Publishers Inc. New York. Vol.1, First edition. pp 870-871 et pp 916-929.

34. KHURI, A.I., CORNEL, A.J. (1987). "Response Surfaces. Designs and Analyses". Marcel Dekker Inc. ASQC Quality Press.

35. RYDHOLM, S. and LAGERGREN, S. (1959). "On the delignification reactions of the technical sulfite cook". Svensk Papperstidning, Vol. 62, No. 4, pp 103-122.

ANNEXE 1

PROPRIÉTÉS DES PÂTES ET PAPIERS LORS DES ESSAIS PRÉLIMINAIRES

TABLEAU A1.1 Propriétés des pâtes et des papiers de l'écorce interpolées à 100 ml d'indice d'égouttage produites à 150°C et 30 minutes

CODE	B1	B2	B3
% NaOH	5	10	15
% Na ₂ SO ₃	20	20	20
Indice d'égouttage (ml)	100	100	100
Rendement (%)	81	73	71,7
Longueur de fibres Pondérée en longueur (mm)	1,49	1,33	1,36
Volume spécifique (cm ³ /g)	1,62	1,55	1,56
Densité (g/cm ³)	0,61	0,64	0,64
Longueur de rupture (km)	9,2	8,82	8,38
Allongement (%)	3,76	3,55	3,6
ETA (g/cm)	147,07	133,52	124,88
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	7,18	7,45	7,27
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	7,73	8,72	9,7
Blancheur (8-457nm,%)	37,91	30,88	28,92
Opacité (%)	80,61	87,54	90,94
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	16,01	17,54	19,22
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	3,9	5,96	7,67
L*	24,23	72,61	70,91
a*	11,16	3,08	3,72
b*	5,17	18,14	18,09
Sulfonates (mmol/kg)	85,38	57,32	54,57
Carboxylates (mmol/kg)	239,16	238,26	271,36
Ions total (mmol/kg)	324,54	295,58	325,93
Viscosité (mPa.s)	24,96	24,51	22,91
Indice kappa	55,55	55,55	56,25

TABLEAU A1.2 Propriétés des pâtes et des papiers de l'écorce interpolées à 100 ml d'indice d'égouttage produites à 170°C et 90 minutes

CODE	B1	B2	B3
% NaOH	5	10	15
% Na ₂ SO ₃	20	20	20
Indice d'égouttage (ml)	100	100	100
Rendement (%)	74	68	63
Longueur de fibres Pondérée en longueur (mm)	1,2	1,2	1,19
Matières fines pondérée en poids (%)	4,09	4,33	4,63
Volume spécifique (cm ³ /g)	1,58	1,52	1,52
Densité (g/cm ³)	0,63	0,66	0,66
Longueur de rupture (km)	8,02	8,63	7,21
Allongement (%)	3,93	4,73	4,01
ETA (g/cm)	134,42	171,61	107,83
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	8,13	7,39	6,52
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	10,44	11,94	11,66
Blancheur (8-457nm,%)	36,84	30,79	24,9
Opacité (%)	81,87	92,79	98,93
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	18,18	21,52	25,6
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	3,46	8,11	19,3
L*	78,55	71,49	62,9
a*	1,81	3,67	3,30
b*	13,07	16,13	10,5
Sulfonates (mmol/kg)	80,88	79,22	78
Carboxylates (mmol/kg)	272,06	248,24	212,76
Ions total (mmol/kg)	352,94	327,46	290,76
Viscosité (mPa.s)	23,33	21,33	16,86
Indice kappa	30,37	40	47,9

TABLEAU A1.3 Propriétés des pâtes et des papiers du noyau interpolées à 100 ml d'indice d'égouttage produites à 150°C et 30 minutes

CODE	C1	C2	C3
% NaOH	5	10	15
% Na ₂ SO ₃	20	20	20
Indice d'égouttage (ml)	100	100	100
Rendement (%)	74,2	67,7	65,7
Longueur de fibres Pondérée en longueur (mm)	0,63	0,62	0,63
Volume spécifique (cm ³ /g)	2,06	1,79	1,83
Densité (g/cm ³)	0,49	0,56	0,55
Longueur de rupture (km)	7,04	6,04	5,75
Allongement (%)	1,32	1,18	1,24
ETA (g/cm)	34,25	26,09	26,55
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	2,6	2,75	2,71
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	3,83	4,09	4,51
Blancheur (8-457nm,%)	35,77	28,77	26,81
Opacité (%)	77,1	88,48	93,39
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	14,02	18,97	21,98
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	3,5	6,03	8,27
L*	76,05	73,46	71,61
a*	2,02	2,63	3,37
b*	17,42	22,86	22,69
Sulfonates (mmol/kg)	96,75	42,56	57,21
Carboxylates (mmol/kg)	204,32	153,81	152,3
Ions total (mmol/kg)	301	196,37	209,51
Viscosité (mPa.s)	14,99	15,49	15,73
Indice kappa	65,8	66,7	67,6

TABLEAU A1.4 Propriétés des pâtes et des papiers du noyau interpolées à 100 ml d'indice d'égouttage produites à 170°C et 90 minutes

CODE	C1	C2	C3
% NaOH	5	10	15
% Na ₂ SO ₃	20	20	20
Indice d'égouttage (ml)	100	100	100
Rendement (%)	60,4	58,2	52,8
Longueur de fibres Pondérée en longueur (mm)	0,52	0,55	0,54
Matières fines pondérée en poids (%)	13,52	13,51	12,22
Volume spécifique (cm ³ /g)	1,71	1,80	1,96
Densité (g/cm ³)	0,58	0,55	0,51
Longueur de rupture (km)	8,91	6,39	5,27
Allongement (%)	1,87	1,16	1,36
ETA (g/cm)	65,51	35,85	21,06
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	4,46	2,94	2,74
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	4,69	5,24	4,5
Blancheur (8-457nm,%)	33,03	22,29	14,8
Opacité (%)	85,25	98,36	98,50
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	16,09	14,43	15,75
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	5,27	10,91	22
L*	73,27	63,05	53,97
a*	2,88	4,68	5,03
b*	16	15,46	15,02
Sulfonates (mmol/kg)	80,99	35,59	30,53
Carboxylates (mmol/kg)	188,02	181,5	170,34
Ions total (mmol/kg)	269,01	217,09	200,87
Viscosité (mPa.s)	14,33	10,78	10,31
Indice kappa	60,8	70,8	66,7

ANNEXE 2

PROPRIÉTÉS DES PÂTES ET PAPIERS POUR LE CCD

TABLEAU A2.1 Propriétés des pâtes et papiers pour l'écorce

CODE	B1	B2	B3	B4
% NaOH	6	8	6	8
% Na ₂ SO ₃	9	17	17	17
Température (°C)	140	160	140	140
Temps (min)	40	80	40	40
Indice d'égouttage (ml)	200	200	200	200
Rendement (%)	82,2	72,3	81,4	79,1
Volume spécifique (cm ³ /g)	1,81	1,60	1,69	1,71
Densité (g/cm ³)	0,56	0,63	0,59	0,59
Longueur de rupture (km)	7,70	7,80	8,41	7,51
Allongement (%)	3,36	3,69	3,37	3,57
ETA (g/cm)	112,90	124,74	121,71	116,06
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	6,23	6,88	6,57	6,08
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	9,98	11,79	9,51	10,50
Blancheur (8-457nm,%)	38,75	36,17	39,78	38,68
Opacité (%)	83,72	87,98	82,45	85,46
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	18,57	18,45	18,27	20,24
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	4,02	4,57	3,82	4,29
L*	77,36	75,55	77,90	77,70
a*	1,82	2,67	1,64	1,69
b*	15,70	15,85	11,84	16,39

TABLEAU A2.2 Propriétés des pâtes et papiers pour l'écorce

CODE	B5	B6	B7	B8
% NaOH	8	8	6	6
% Na ₂ SO ₃	17	9	9	9
Température (°C)	140	160	160	160
Temps (min)	78,0	73,2	75,7	76,7
Indice d'égouttage (ml)	200	200	200	200
Rendement (%)	82,2	72,3	81,4	79,1
Volume spécifique (cm ³ /g)	1,65	1,77	1,75	1,71
Densité (g/cm ³)	0,61	0,57	0,57	0,59
Longueur de rupture (km)	7,75	7,68	7,60	7,74
Allongement (%)	3,37	3,55	3,56	3,89
ETA (g/cm)	112,82	114,78	116,88	130,49
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	6,64	6,16	6,60	6,56
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	10,70	11,22	10,86	10,58
Blancheur (8-457nm,%)	38,49	32,11	36,21	37,43
Opacité (%)	84,20	91,89	86,82	85,76
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	19,17	21,34	19,30	19,37
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	4,13	7,40	5,15	4,63
L*	77,61	72,56	75,37	76,42
a*	1,91	3,44	2,49	2,13
b*	16,50	16,21	15,50	15,76

TABLEAU A2.3 Propriétés des pâtes et papiers pour l'écorce

CODE	B9	B10	B11	B12
% NaOH	6	8	8	8
% Na ₂ SO ₃	9	9	17	9
Température (°C)	140	140	160	140
Temps (min)	80	80	40	40
Indice d'égouttage (ml)	200	200	200	200
Rendement (%)	79,9	76,0	73,0	78,6
Volume spécifique (cm ³ /g)	1,83	1,83	1,67	1,93
Densité (g/cm ³)	0,55	0,55	0,60	0,52
Longueur de rupture (km)	7,60	7,47	7,75	6,92
Allongement (%)	3,72	3,90	3,75	3,48
ETA (g/cm)	125,12	125,99	125,37	116,48
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	6,10	5,91	6,61	5,82
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	9,73	10,81	11,16	10,53
Blancheur (8-457nm,%)	39,17	34,62	36,19	34,49
Opacité (%)	83,93	88,11	87,87	88,70
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	18,89	19,93	20,20	19,92
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	4,04	5,74	5,42	5,71
L*	77,55	74,62	75,37	74,63
a*	1,63	2,48	2,27	2,76
b*	15,53	16,33	15,53	16,52

TABLEAU A2.4 Propriétés des pâtes et papiers pour l'écorce

CODE	B13	B14	B15	B16
% NaOH	8	6	6	6
% Na ₂ SO ₃	9	17	17	17
Température (°C)	160	160	160	140
Temps (min)	40	80	40	80
Indice d'égouttage (ml)	200	200	200	200
Rendement (%)	75,8	73,6	75,7	79,6
Volume spécifique (cm ³ /g)	1,77	1,77	1,73	1,83
Densité (g/cm ³)	0,57	0,57	0,58	0,55
Longueur de rupture (km)	7,08	7,56	7,75	7,67
Allongement (%)	3,90	3,60	3,79	3,72
ETA (g/cm)	122,34	116,61	127,79	124,51
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	6,02	6,39	6,56	6,10
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	12,74	11,78	11,06	10,43
Blancheur (8-457nm,%)	34,48	39,23	40,73	40,58
Opacité (%)	91,59	86,52	83,94	83,55
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	22,39	20,36	19,26	19,05
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	6,65	4,78	4,00	3,90
L*	74,30	76,77	77,96	77,98
a*	2,95	2,04	1,63	1,43
b*	15,94	14,01	10,91	14,49

TABLEAU A2.5 Propriétés des pâtes et papiers pour l'écorce

CODE	B17	B18	B19	B20
% NaOH	7	5	7	7
% Na ₂ SO ₃	5	13	13	13
Température (°C)	150	150	170	150
Temps (min)	60	60	100	60
Indice d'égouttage (ml)	200	200	200	200
Rendement (%)	78,8	78,6	74,6	70,7
Volume spécifique (cm ³ /g)	1,76	1,79	1,73	1,71
Densité (g/cm ³)	0,57	0,56	0,58	0,59
Longueur de rupture (km)	7,44	7,79	7,69	7,86
Allongement (%)	3,25	3,38	3,41	4,04
ETA (g/cm)	103,91	111,95	115,22	137,05
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	6,08	6,44	6,64	6,87
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	10,59	9,89	10,62	12,18
Blancheur (8-457nm,%)	33,18	41,15	36,74	33,95
Opacité (%)	89,94	81,47	85,92	89,52
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	20,39	18,57	19,00	20,07
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	6,90	3,65	4,83	6,35
L*	73,47	78,28	75,90	73,61
a*	3,14	1,59	2,23	3,07
b*	16,31	14,29	15,72	15,44

TABLEAU A2.6 Propriétés des pâtes et papiers pour l'écorce

CODE	B21	B22	B23	B24
% NaOH	9	7	7	7
% Na ₂ SO ₃	13	21	13	13
Température (°C)	150	150	150	130
Temps (min)	60	60	20	60
Indice d'égouttage (ml)	200	200	200	200
Rendement (%)	74,3	75,8	78,1	80,3
Volume spécifique (cm ³ /g)	1,73	1,75	1,85	1,89
Densité (g/cm ³)	0,58	0,57	0,54	0,53
Longueur de rupture (km)	7,66	7,53	7,90	7,62
Allongement (%)	3,53	3,38	3,25	3,43
ETA (g/cm)	117,55	109,40	109,67	115,34
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	6,26	6,46	6,40	6,04
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	11,03	10,95	10,25	10,26
Blancheur (8-457nm,%)	34,01	38,07	37,86	38,11
Opacité (%)	89,50	85,10	85,06	85,52
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	20,57	18,88	19,28	19,31
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	6,11	4,50	4,46	4,43
L*	74,24	76,53	76,85	76,99
a*	2,84	2,00	2,00	1,76
b*	16,53	15,12	15,98	15,91

TABLEAU A2.7 Propriétés des pâtes et papiers pour l'écorce

CODE	B25	B26	B27	B28
% NaOH	7	7	7	7
% Na ₂ SO ₃	13	13	13	13
Température (°C)	150	150	150	150
Temps (min)	60	60	60	60
Indice d'égouttage (ml)	200	200	200	200
Rendement (%)	76,8	77,3	76,9	75,9
Volume spécifique (cm ³ /g)	1,77	2,08	1,76	1,77
Densité (g/cm ³)	0,57	0,51	0,57	0,57
Longueur de rupture (km)	7,65	7,54	7,82	7,92
Allongement (%)	3,74	3,09	3,58	4,04
ETA (g/cm)	124,97	100,62	122,81	138,83
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	6,41	6,16	6,33	6,27
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	10,46	10,81	10,77	10,61
Blancheur (8-457nm,%)	36,52	38,08	36,46	37,26
Opacité (%)	86,22	86,31	86,50	85,55
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	19,03	20,00	19,17	19,23
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	4,93	4,59	4,98	4,76
L*	75,71	76,78	75,61	76,22
a*	2,28	1,80	2,34	2,27
b*	15,69	15,57	15,60	15,63

TABLEAU A2.8 Propriétés des pâtes et papiers pour le noyau

CODE	C1	C2	C3	C4
% NaOH	2	4	2	4
% Na ₂ SO ₃	9	17	17	17
Température (°C)	140	160	140	140
Temps (min)	40	80	40	40
Indice d'égouttage (ml)	150	150	150	150
Rendement (%)	84,1	65,4	79,4	77,4
Volume spécifique (cm ³ /g)	3,24	2,04	2,72	2,42
Densité (g/cm ³)	0,31	0,49	0,37	0,41
Longueur de rupture (km)	2,59	6,63	4,38	4,62
Allongement (%)	0,80	1,20	0,92	0,81
ETA (g/cm)	6,90	30,80	14,87	12,64
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	1,03	2,44	1,50	1,77
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	3,00	4,23	3,81	4,19
Blancheur (8-457nm,%)	58,22	42,60	50,99	44,64
Opacité (%)	93,45	77,97	87,22	80,52
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	46,58	15,70	27,49	19,13
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	3,02	2,90	3,02	3,02
L*	86,79	79,12	83,27	80,54
a*	0,25	1,29	0,51	0,96
b*	10,71	14,12	11,92	4,60

TABLEAU A2.9 Propriétés des pâtes et papiers pour le noyau

CODE	C5	C6	C7	C8
% NaOH	4	4	2	2
% Na ₂ SO ₃	17	9	9	9
Température (°C)	140	160	160	160
Temps (min)	80	80	80	40
Indice d'égouttage (ml)	150	150	150	150
Rendement (%)	73,4	68,8	68,5	73,3
Volume spécifique (cm ³ /g)	2,66	2,42	2,26	2,31
Densité (g/cm ³)	0,38	0,42	0,44	0,44
Longueur de rupture (km)	4,93	4,57	4,42	4,88
Allongement (%)	0,86	0,85	0,82	0,92
ETA (g/cm)	15,13	15,56	13,50	16,67
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	1,85	1,73	1,73	2,00
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	3,92	4,78	4,87	4,05
Blancheur (8-457nm,%)	43,55	38,83	39,50	47,54
Opacité (%)	80,07	83,33	91,37	89,17
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	17,80	18,42	25,07	28,47
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	2,95	3,83	5,45	3,64
L*	79,85	77,91	77,48	82,15
a*	1,21	1,48	2,24	1,13
b*	14,16	16,69	14,99	13,70

TABLEAU A2.10 Propriétés des pâtes et papiers pour le noyau

CODE	C9	C10	C11	C12
% NaOH	2	4	4	4
% Na ₂ SO ₃	9	9	17	9
Température (°C)	140	140	160	140
Temps (min)	80	80	40	40
Indice d'égouttage (ml)	150	150	150	150
Rendement (%)	83,0	76,8	67,9	77,7
Volume spécifique (cm ³ /g)	3,18	2,31	2,71	2,96
Densité (g/cm ³)	0,31	0,44	0,36	0,34
Longueur de rupture (km)	3,39	4,74	5,88	3,12
Allongement (%)	0,90	0,88	1,04	0,61
ETA (g/cm)	10,57	14,89	19,15	4,80
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	1,38	1,80	1,86	1,57
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	3,46	4,24	4,32	4,51
Blancheur (8-457nm,%)	56,73	45,90	43,52	48,92
Opacité (%)	91,98	85,75	73,78	86,90
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	42,17	24,15	16,65	27,51
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	3,03	3,27	2,75	3,06
L*	86,41	81,69	79,86	83,09
a*	0,23	1,03	1,22	0,88
b*	11,53	14,77	14,34	13,82

TABLEAU A2.11 Propriétés des pâtes et papiers pour le noyau

CODE	C13	C14	C15	C16
% NaOH	4	2	2	2
% Na ₂ SO ₃	9	17	17	17
Température (°C)	160	160	160	140
Temps (min)	40	80	40	80
Indice d'égouttage (ml)	150	150	150	150
Rendement (%)	70,5	67,5	70,6	76,7
Volume spécifique (cm ³ /g)	2,27	2,25	2,16	2,41
Densité (g/cm ³)	0,44	0,44	0,47	0,42
Longueur de rupture (km)	4,75	4,31	5,79	4,88
Allongement (%)	0,88	0,58	1,05	0,96
ETA (g/cm)	15,13	4,19	22,55	17,50
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	2,11	2,22	2,41	2,11
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	4,86	4,95	4,30	4,26
Blancheur (8-457nm,%)	41,92	46,75	45,42	49,59
Opacité (%)	84,68	82,75	77,62	85,10
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	20,62	19,43	17,72	24,30
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	3,53	2,94	2,72	2,91
L*	79,74	81,00	80,52	82,71
a*	1,95	1,26	1,46	0,81
b*	16,01	12,36	13,33	12,46

TABLEAU A2.12 Propriétés des pâtes et papiers pour le noyau

CODE	C17	C18	C19	C20
% NaOH	3	1	3	3
% Na ₂ SO ₃	5	13	13	13
Température (°C)	150	150	170	150
Temps (min)	60	60	100	60
Indice d'égouttage (ml)	150	150	150	150
Rendement (%)	78,2	77,2	71,3	65
Volume spécifique (cm ³ /g)	3,12	2,50	2,44	2,37
Densité (g/cm ³)	0,32	0,40	0,42	0,42
Longueur de rupture (km)	3,59	4,10	5,06	6,40
Allongement (%)	0,91	0,87	0,88	1,20
ETA (g/cm)	11,87	12,38	15,70	27,00
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	1,36	1,79	2,07	2,34
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	3,85	3,67	4,40	4,51
Blancheur (8-457nm,%)	47,35	54,60	44,97	44,27
Opacité (%)	93,74	90,41	80,36	78,64
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	37,34	36,24	18,98	17,60
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	4,57	3,25	2,98	2,89
L*	82,42	84,96	80,35	80,00
a*	1,28	0,76	1,42	2,15
b*	14,39	11,11	13,54	13,61

TABLEAU A2.13 Propriétés des pâtes et papiers pour le noyau

CODE	C21	C22	C23	C24
% NaOH	5	3	3	3
% Na ₂ SO ₃	13	21	13	13
Température (°C)	150	150	150	130
Temps (min)	60	60	20	60
Indice d'égouttage (ml)	150	150	150	150
Rendement (%)	71,0	70,9	76,3	80,7
Volume spécifique (cm ³ /g)	2,05	2,27	2,57	2,87
Densité (g/cm ³)	0,49	0,44	0,39	0,35
Longueur de rupture (km)	6,34	6,12	5,20	3,88
Allongement (%)	1,16	1,08	1,17	0,89
ETA (g/cm)	26,61	23,63	22,76	12,44
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	2,72	2,31	1,94	1,45
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	4,17	4,36	4,08	3,81
Blancheur (8-457nm,%)	41,18	43,72	49,96	52,98
Opacité (%)	75,94	80,51	86,79	88,39
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	16,17	17,88	27,47	31,95
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	2,67	3,31	2,95	2,84
L*	79,94	79,17	83,38	84,75
a*	1,46	1,46	0,77	0,45
b*	17,42	12,85	13,25	12,41

TABLEAU A2.14 Propriétés des pâtes et papiers pour le noyau

CODE	C25	C26	C27	C28
% NaOH	3	3	3	3
% Na ₂ SO ₃	13	13	13	13
Température (°C)	150	150	150	150
Temps (min)	60	60	60	60
Indice d'égouttage (ml)	150	150	150	150
Rendement (%)	73,9	72,3	73,4	73,2
Volume spécifique (cm ³ /g)	2,24	2,15	1,99	1,97
Densité (g/cm ³)	0,45	0,47	0,50	0,51
Longueur de rupture (km)	4,53	5,77	6,17	6,24
Allongement (%)	0,84	1,17	1,22	1,42
ETA (g/cm)	13,93	25,25	27,54	34,77
Indice d'éclatement (kPa*m ² /g)	2,05	2,23	2,70	2,59
Indice de déchirure (mN*m ² /g)	4,27	4,35	4,28	4,02
Blancheur (8-457nm,%)	46,34	45,54	46,52	44,86
Opacité (%)	80,44	79,34	82,44	83,26
Coefficient de diffusion de la lumière (m ² /kg)	19,70	18,55	21,10	20,90
Coefficient d'absorption de la lumière (m ² /kg)	2,66	2,79	2,98	3,27
L*	81,57	80,93	81,31	80,61
a*	1,16	1,32	1,03	1,44
b*	14,04	13,85	13,36	14,07